



**DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB)
DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).APPLICATION AU
SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET
AUX SYSTÈMES FLUVIATILES QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET**

L'ARLANZA

Davínia Moreno García

Dipòsit Legal: T. 1706-2011

ADVERTIMENT. La consulta d'aquesta tesi queda condicionada a l'acceptació de les següents condicions d'ús: La difusió d'aquesta tesi per mitjà del servei TDX (www.tesisenxarxa.net) ha estat autoritzada pels titulars dels drets de propietat intel·lectual únicament per a usos privats emmarcats en activitats d'investigació i docència. No s'autoritza la seva reproducció amb finalitats de lucre ni la seva difusió i posada a disposició des d'un lloc aliè al servei TDX. No s'autoritza la presentació del seu contingut en una finestra o marc aliè a TDX (framing). Aquesta reserva de drets afecta tant al resum de presentació de la tesi com als seus continguts. En la utilització o cita de parts de la tesi és obligat indicar el nom de la persona autora.

ADVERTENCIA. La consulta de esta tesis queda condicionada a la aceptación de las siguientes condiciones de uso: La difusión de esta tesis por medio del servicio TDR (www.tesisenred.net) ha sido autorizada por los titulares de los derechos de propiedad intelectual únicamente para usos privados enmarcados en actividades de investigación y docencia. No se autoriza su reproducción con finalidades de lucro ni su difusión y puesta a disposición desde un sitio ajeno al servicio TDR. No se autoriza la presentación de su contenido en una ventana o marco ajeno a TDR (framing). Esta reserva de derechos afecta tanto al resumen de presentación de la tesis como a sus contenidos. En la utilización o cita de partes de la tesis es obligado indicar el nombre de la persona autora.

WARNING. On having consulted this thesis you're accepting the following use conditions: Spreading this thesis by the TDX (www.tesisenxarxa.net) service has been authorized by the titular of the intellectual property rights only for private uses placed in investigation and teaching activities. Reproduction with lucrative aims is not authorized neither its spreading and availability from a site foreign to the TDX service. Introducing its content in a window or frame foreign to the TDX service is not authorized (framing). This rights affect to the presentation summary of the thesis as well as to its contents. In the using or citation of parts of the thesis it's obliged to indicate the name of the author.



UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
Departement de Història i Història de l'Art



MUSÉUM NATIONAL D'HISTOIRE NATURELLE
École Doctorale (ED 227) « Sciences de la nature et de l'homme »

Año 2011

TESIS DOCTORAL EN COTUTELA CON MENCIÓN EUROPEA

Preparada entre la Universitat Rovira i Virgili (URV, Tarragona) y el Muséum National
d'Histoire Naturelle (MNHN, París)

Para obtener el grado de DOCTEUR

Especialidad : *Geocronología*

Presentada y defendida públicamente por

DAVINIA MORENO GARCÍA

El 14 de octubre de 2011

Datation par ESR de quartz optiquement blanchis (ESR-OB) de la région de Atapuerca (Burgos, Espagne). Application au site préhistorique de Gran Dolina (contexte karstique) et aux systèmes fluviaux quaternaires de l'Arlanzón et l'Arlanza

Datación por ESR de cuarzo blanqueado ópticamente (ESR-OB) de la región de Atapuerca (Burgos, España). Aplicación al yacimiento prehistórico de Gran Dolina (contexto kárstico) y a los sistemas fluviales cuaternarios de los ríos Arlanzón y Arlanza

Dirigida por *Christophe Falguères, Robert Sala y Alfredo Pérez-González*

MIEMBROS DEL TRIBUNAL

M. Eudald CARBONELL i ROURA	Professeur, Universitat Rovira i Virgili (Tarragona, Espagne)	Président
M. Shin TOYODA	Professeur, Okayama University of Science (Okayama, Japon)	Rapporteur
M. Carlo PERETTO	Professeur, Università degli Studi Ferrara Corso d'Ercole I D'Este (Ferrara, Italie)	Rapporteur
M. Christophe FALGUÈRES	Directeur de recherche CNRS, Muséum National d'Histoire Naturelle (Paris, France)	Examinateur
M. Alfredo PÉREZ-GONZÁLEZ	Professeur, CENIEH (Burgos, Espagne)	Examinateur

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Je tiens tout d'abord à remercier Eudald Carbonell pour m'avoir accueillie au sein du Département de Préhistoire de l'Université Rovira i Virgili (URV) et de l'Institut de Paleocologia Humana i Evolució Social (IPHES) de Tarragone. Je tiens également à remercier François Sémah de m'avoir acceptée au sein du Département de Préhistoire du Muséum national d'Histoire naturelle (MNHN) de Paris. Ce manuscrit de thèse est issu de la collaboration entre ces établissements.

Je remercie Messieurs Shin Toyoda et Carlo Peretto d'avoir accepté de juger ce travail et d'en être les rapporteurs.

Merci également à mes trois directeurs de thèse : Robert Sala, Alfredo Pérez-González et Christophe Falguères pour leur aide, leur soutien, leurs encouragements et leur disponibilité tout au long de ces trois dernières années. Finalement, cette petite espagnole est arrivée jusqu'au bout.

Un ENORME MERCI à « Monsieur Voinchet ». Sans lui, cette thèse n'aurait jamais vu la lumière du jour. Merci d'avoir été encadrant, professeur, collègue, ami... tout en même temps. Merci de m'avoir montré le bon côté des choses et de m'avoir poussée à continuer quand je voulais tout arrêter. Je ne peux faire ici la liste de toutes les choses qu'il a faites pour moi donc je vais résumer en disant simplement: MERCI D'ÊTRE LÀ.

Mes remerciements vont tout naturellement à Alfonso Benito-Calvo pour son aide, sa complète disponibilité et ses conseils sur la géomorphologie des vallées fluviales et de l'environnement de la Sierra de Atapuerca mais surtout pour son inépuisable patience lors des sorties de terrain. Je tiens aussi à remercier Ana Isabel Ortega pour toutes ses explications sur la formation du karst multiniveaux de la Sierra de Atapuerca et pour son soutien désintéressé. Sans l'aide de ces deux exceptionnels chercheurs, ce travail n'aurait pas pu être réalisé de la même manière.

Je tiens à remercier Jean-Jacques Bahain pour son implication et intérêt dans mon travail et sa disponibilité pour la discussion. Je remercie également Hélène Tissoux pour ses conseils et suggestions mais aussi pour les bavardages devant quelques piluliers de quartz. À Jackie Despriée, pour ses discussions sur la Préhistoire en général et pour ses apports à ce travail en particulier.

Je voudrais remercier Hélène Valladas pour son aide dans la fabrication et lecture des dosimètres TL et Raquel Pérez pour les données topographiques des échantillons prélevés à Gran Dolina. Merci également à la Fondation Atapuerca pour le prêt du matériel de prélèvement et à Fortunato pour son aide lors de la mission de prélèvements et de la mise en place de dosimètres TL de Gran Dolina. Je remercie aussi Andreu Ollé en particulier et toute l'Equipe d'Investigation de Atapuerca (EIA) en général, pour les bons moments passés lors des campagnes de fouille et parce qu'ils m'ont énormément facilité la compréhension de certains aspects de l'archéologie de la Sierra de Atapuerca.

Je tiens à remercier énormément Mathieu Duval pour son soutien malgré la distance, les commentaires et les suggestions sur mon travail car tout cela m'a toujours motivée à vouloir aller un peu plus loin. Mais surtout, merci d'être aussi un bon ami.

À « la abuela Gema »... deux espagnoles dans un nid de français... je ne peux que la remercier d'avoir été là à chaque fois que j'ai eu besoin d'une épaule sur laquelle pleurer quand les choses n'allaient pas du tout. Car elle a toujours été un souffle d'air frais qui m'aidait à me remonter le moral.

Je tiens profondément à remercier tous les doctorants qui ont partagés avec moi les trois dernières années et, spécialement, une 3^{ème} année 2010 – 2011 de folie : Julie Dabkowski, Qingfeng Shao, Patrick Schmidt et Caroline Bachelet. Compagnons de galères, marinières du même bateau... nous sommes enfin arrivés à bon port !!

Je voudrais remercier Julie Dabkowski pour les incroyables moments que nous avons vécus ensemble ces derniers mois. Nous avons partagé l'anxiété et le désespoir mais aussi la joie et le bonheur de la fin d'une thèse. Aucun post-doct en Angleterre ne pourra casser cette amitié. Ce fut un vrai plaisir d'avoir « procrastiné » avec toi mistinguette !!!!!

Bien évidemment, je ne peux pas oublier mes chers collègues-doctorants espagnols... Fernando et las Núrias (Núria G et Núria S). Un énorme merci également à eux pour les séances de psychothérapie devant un verre de Verdejo et quelques tapas au coeur de Burgos ou un bon Riveiro et une sublime paella au port de Tarragone. Je tiens énormément à vous trois.

Une petite pensée pour ma bordelaise préférée, Marion : Accroche-toi ma poulette !!! La fin est bientôt arrivée. En attendant, je voudrais te remercier pour les intenses discussions sur ESR/OSL et le calcul des incertitudes d'Origin mais aussi pour tes encouragements et ton aide ces derniers jours de rédaction. Merci également à Sophie Blain pour son aide avec l'anglais.

À Cécile et Xavier pour supporter avec patience les repas du midi, parfois, un peu tendus à cause des hauts et des bas pendant les derniers moments de rédaction de ce manuscrit.

Un petit mot pour les étudiants du B'DEM, récemment rencontrés mais avec qui j'ai vécu des moments inoubliables sur les quais de la Seine, devant un match d'impro, à la maison ou encore à la cantine du Muséum : Lorène, Fred, Marion, Adrien... Merci à tous pour tous les moments de détente dont j'avais tellement besoin pendant ces derniers mois.

À ma chère coloc' Amandine, sans laquelle je n'aurais pas fini cette thèse dans un état moyennement acceptable. On va bientôt inverser les rôles ma belle... courage !!

Enfin... les amis, ces incroyables êtres qui ont la vertu de te voler un sourire quand rien ne va: Caroline, Olivier, Hermine, Baptiste, Mélodie, Matthieu T, Archie, Han Fei, Julien, Manon, Laurent, Nicolas, Andrea, Sara, Aymeric,... À mes « apérosiens » du jeudi préférés : Nicolas et Matthieu et à mes collègues du théâtre : Ana et Oscar. Merci à vous tous parce que la vie sans amis n'est rien.

Bien-sûr mes amis « geolocos »... Cecilia, Jesús, Eduardo, José, Diego, Iker, Hernando, Ana..., et « mis riclanicas »... María, Carmen, Sandra, Eliana, Fátima, Silvia, Raquel, Alicia...

Et ma famille pour son soutien permanent... MERCI !

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Résumé

Le karst de la Sierra de Atapuerca, situé au nord-est du bassin du Duero (nord de l'Espagne), renferme des nombreux sites archéologiques et paléontologiques (Gran Dolina, Galería, Sima del Elefante, Sima de los Huesos...) parmi les plus importants connus à l'heure actuelle dans la Préhistoire européenne. Le complexe archéologique de la Sierra recouvre l'ensemble du Pléistocène et de l'Holocène.

À l'heure actuelle, la chronologie de ces gisements se limite à des données biochronologiques, paléomagnétiques et à des datations absolues effectuées sur quelques niveaux clefs. Afin d'améliorer la compréhension des relations existantes entre les différents sites, une datation systématique de tous les niveaux stratigraphiques des remplissages serait nécessaire. Ce travail de thèse s'inscrit dans cette perspective par la datation de la totalité des niveaux de Gran Dolina. La formation et le remplissage du karst sont en relation étroite avec l'évolution du réseau hydrographique de la région. C'est pourquoi une tentative de corrélation entre la mise en place du système endokarstique multiniveaux de la Sierra de Atapuerca et celle des vallées de l'Arlanzón, de l'Arlanza et du Pico a été réalisée, à partir de l'exploitation des résultats des datations absolues.

Les datations des différents ensembles sédimentaires ont été effectuées en appliquant la méthode ESR sur quartz optiquement blanchis (ESR-OB). L'application de cette méthode, dont le potentiel a été démontré pour les sédiments d'origine fluvatile, constitue actuellement un défi pour des sédiments extraits de remplissages karstiques. Les résultats obtenus sont en accord, tant en grotte qu'en plein air, avec la stratigraphie et avec les données biostratigraphiques, paléomagnétiques et chronologiques préexistantes. Cette étude démontre ainsi l'applicabilité de la méthode ESR-OB pour des remplissages karstiques.

Mots-clefs : datation par résonance de spin électronique sur quartz optiquement blanchi (ESR-OB), Sierra de Atapuerca, système karstique, bassin du Duero, vallée fluvatile, Pléistocène inférieur, premiers peuplements de l'Europe.

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Abstract

The Sierra de Atapuerca karst, located in the north-east of Duero Basin (northern Spain), contains several major archaeological and palaeontological sites (Gran Dolina, Galería, Sima del Elefante, Sima de los Huesos...) for European Prehistory. These sites are known for the whole Pleistocene and the Holocene periods.

Their chronological framework is currently limited to biochronological and palaeomagnetic data and seldom absolute dates. To improve the knowledge of the connexions between the different sites, all stratigraphical levels should be dated. In this prospect, the cronology of all stratigraphical levels of Gran Dolina site was set up in this work. The formation and infill of this karst system is closely related to regional fluvial network. An attempt of correlation between multilevel karst system and the Arlanzón, Arlanza and Pico's valley fluvial incision was made through the interpretation of absolute dates.

Different types of sediment were dated using ESR method on optically bleached quartz (ESR-OB). The potential of this method was demonstrated for fluvial sediments, however it was a challenge for the sediment extracted from karstic infill. Results obtained from karstic and fluvial sediment samples are in good agreement with biostratigraphical, palaeomagnetic and chronological data available. This work demonstrates the applicability of ESR-OB method in karstic infill context.

Keywords: electron spin resonance on optically bleached quartz dating (ESR-OB), Sierra de Atapuerca, karst system, Duero basin, fluvial valley, Lower Pleistocene, first settlements of Europe

Resumen

El karst de la Sierra de Atapuerca, situado al noreste de la cuenca del Duero (norte de España), contiene numerosos yacimientos arqueológicos y paleontológicos (Gran Dolina, Galería, Sima del Elefante, Sima de los Huesos...) que se encuentra en la lista de los más importantes de la Prehistoria europea. El complejo arqueológico de la Sierra engloba todo el Pleistoceno y el Holoceno.

Actualmente, la cronología de estos yacimientos ha sido establecida a partir de datos bioestratigráficos, paleomagnéticos y a partir de algunas dataciones absolutas realizadas en ciertos niveles clave. Con el objetivo de mejorar y ampliar el conocimiento sobre la relación existente entre los diferentes yacimientos, una datación sistemática de todos los niveles estratigráficos de los rellenos debería realizarse. Este trabajo de tesis se enmarca dentro de esta perspectiva de estudio gracias a la datación de toda la secuencia estratigráfica del yacimiento de Gran Dolina. La formación y el relleno del karst están íntimamente ligados con la evolución del sistema hidrográfico de la región. Este hecho nos ha conducido a realizar un intento de correlación entre el sistema kárstico multiniveles de la Sierra de Atapuerca y el sistema fluvial de los valles de l'Arlanzón, l'Arlanza y el Pico a partir de los resultados de dataciones absolutas.

La datación de los diferentes conjuntos sedimentarios (sedimentos kársticos y fluviales) han sido realizadas aplicando el método de ESR sobre cuarzo ópticamente blanqueado (ESR-OB). La aplicación de esta metodología, cuyo potencial ya ha sido demostrado en los sedimentos fluviales, constituye un desafío en el caso de los sedimentos kársticos. Los resultados obtenidos son coherentes, tanto en contexto kárstico como fluvial, con la estratigrafía y con los datos bioestratigráficos, paleomagnéticos y cronológicos existentes. Este estudio demuestra así la aplicabilidad de la metodología de ESR-OB en sedimentos procedentes de contextos kársticos.

Palabras clave: resonancia de spin electrónico aplicado a cuarzo blanqueado ópticamente (ESR-OB), Sierra de Atapuerca, sistema kárstico, cuenca del Duero, valle fluvial, Pleistoceno inferior, primer poblamiento de Europa

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Table de matières

Remerciements

Résumé

INTRODUCTION.....1 – 6

Partie I : LA SIERRA DE ATAPUERCA ET SON ENVIRONNEMENT

Chapitre 1 : Cadre géologique, géographique et géomorphologique..... 9 – 18

1. Cadre géographique11
2. Cadre géologique.....12
3. Cadre géomorphologique.....14
 - 3.1. Formation de la Sierra de Atapuerca.....14
 - 3.2. Formations alluviales..... 16

Chapitre 2 : Le karst de la Sierra de Atapuerca 19 – 46

1. Formation et évolution d'un karst..... 22
2. Le karst multiniveaux de la Sierra de Atapuerca23
 - 2.1. Niv. Supérieur.....23
 - 2.2. Niv. Intermédiaire25
 - 2.3. Niv. Inférieur.....26

3. Remplissage des cavités.....	26
3.1. <i>Sima del Elefante</i>	27
3.1.1. Lithologie	27
3.1.2. Environnement et chronologie.....	29
3.1.3. Activité humaine	29
3.2. <i>Galería – Zarpazos</i>	30
3.2.1. Lithologie	30
3.2.2. Environnement et chronologie.....	32
3.2.3. Activité humaine.....	32
3.3. <i>Gran Dolina</i>	33
3.3.1. Facies d'intérieur.....	33
3.3.1.1. Niveaux TD1 et TD2.....	33
3.3.2. Facies d'extérieur.....	35
3.3.2.1. Niveaux TD3-4 et TD5.....	35
3.3.2.2. Niveau TD6.....	37
3.3.2.3. Niveau TD7.....	40
3.3.2.4. Niveaux TD8, TD8-9 et TD9.....	40
3.3.2.5. Niveau TD10.....	42
3.3.2.6. Niveau TD11 et Terra Rossa.....	43
3.4. <i>Trinchera Penal</i>	43
3.4.1. Stratigraphie.....	43
3.4.1.1. La coupe principale.....	44
3.4.1.2. Le tube.....	44
3.4.2. Environnement et chronologie.....	46
3.4.3. Activité humaine.....	46
Chapitre 3 : Les vallées fluviales.....	47 – 56
1. La vallée de l'Arlanzón	49
1.1. Secteur « Arlanzón – Burgos ».....	50
2. La vallée de l'Arlanza.....	51
2.1. Secteur « Covarrubias – confluence avec l'Arlanzón ».....	52
3. La vallée du Pico.....	53
4. Synthèse régionale des systèmes de nappes fluviales.....	54

Partie II : DATATIONS

Chapitre 4 : La Résonance de Spin Electronique (ESR) 59 – 66

1. Principe physique de l'ESR.....	61
------------------------------------	----

1.1. Effet Zeeman.....	62
1.2. Condition de résonance magnétique.....	62
1.2.1. Relaxation – Saturation.....	63
2. Spectrométrie ESR.....	64
2.1. Spectromètre ESR.....	64
2.2. Spectre ESR.....	65
2.2.1. Facteur « g ».....	65
2.2.2. Anisotropie du facteur « g ».....	65
2.2.3. Structure fine, hyperfine et super hyperfine.....	66
Chapitre 5 : La datation par ESR de quartz sédimentaire optiquement blanchi (ESR-OB).....	67 – 94
1. Principe de la méthode – paléodosimétrie	70
1.1. Le centre Aluminium (Al).....	71
1.1.1. Formation du centre Al.....	72
1.1.2. Signal ESR du centre Al.....	72
1.2. Blanchiment optique.....	73
1.2.1. Détermination de la dose résiduelle	74
2. Le calcul d'âge.....	75
2.1. Détermination de la dose équivalente.....	76
2.1.1. Méthode de l'addition.....	76
2.1.1.1. Choix de la fonction mathématique.....	77
2.1.2. Irradiation en masse.....	78
2.1.2.1. Dispositif d'irradiation.....	79
2.1.2.2. Mesure ESR de l'alanine.....	80
2.1.2.3. Cartographie des doses effectives.....	80
2.1.2.4. Analyse des variations dosimétriques spatiales.....	81
2.2. Détermination de la dose annuelle.....	82
3. Protocole analytique.....	88
3.1. Préparation physico-chimique et détermination de la dose équivalente.....	88
3.2. Détermination de la dose annuelle.....	94
 Partie III : RÉSULTATS	
 Chapitre 6 : Le karst de la Sierra de Atapuerca.....	101 – 126
1. Le site de Gran Dolina (TD).	103

1.1. Niveaux TD1 et TD2.....	105
1.1.1. Échantillonnage.....	105
1.1.2. Résultats.....	106
1.2. Niveaux TD3-4.....	107
1.2.1. Échantillonnage.....	107
1.2.2. Résultats.....	107
1.3. Niveaux TD5.....	109
1.3.1. Échantillonnage.....	109
1.3.2. Résultats.....	109
1.4. Niveaux TD6.....	110
1.4.1. Échantillonnage.....	110
1.4.2. Résultats.....	111
1.5. Niveaux TD7.....	112
1.5.1. Échantillonnage.....	112
1.5.2. Résultats.....	113
1.6. Niveaux TD8.....	113
1.6.1. Échantillonnage.....	113
1.6.2. Résultats.....	114
1.7. Niveaux TD8-9.....	115
1.7.1. Échantillonnage.....	115
1.7.2. Résultats.....	115
1.8. Niveaux TD9.....	116
1.8.1. Échantillonnage.....	116
1.8.2. Résultats.....	116
1.9. Niveaux TD10.....	117
1.9.1. Échantillonnage.....	117
1.9.2. Résultats.....	118
1.10. Niveaux TD11 et Terra Rossa.....	119
1.10.1. Échantillonnage.....	119
1.10.2. Résultats.....	120
1.11. Partie basale sud de Gran Dolina (TD S).....	121
1.11.1. Échantillonnage.....	121
1.11.2. Résultats.....	121
1.12. Conclusion de Gran Dolina.....	122
2. Le site de Penal (TP).....	124
2.1. Échantillonnage.....	124
2.2. Résultats.....	124

Chapitre 7 : Les vallées fluviales.....127 – 148

1. La vallée de l'Arlanzón (T_{AZN})	129
1.1. Nappe T_{3AZN} (+70 – 78 m).....	130
1.1.1. Échantillonnage.....	130
1.1.2. Résultats.....	130
1.2. Nappe T_{4AZN} (+60 – 67 m).....	131
1.2.1. Échantillonnage.....	131
1.2.2. Résultats.....	132
1.3. Nappe T_{5AZN} (+50 – 54 m).....	132
1.3.1. Échantillonnage.....	132
1.3.2. Résultats.....	134
1.4. Nappe T_{8AZN} (+26 – 35 m).....	135
1.4.1. Échantillonnage.....	135
1.4.2. Résultats.....	136
1.5. Nappe T_{11AZN} (+12 – 13 m).....	136
1.5.1. Échantillonnage.....	136
1.5.2. Résultats.....	137
1.6. Conclusion.....	138
2. La vallée de l'Arlanza (T_{AZA})	138
2.1. Nappe T_{5AZA} (+73 – 79 m).....	139
2.1.1. Échantillonnage.....	139
2.1.2. Résultats.....	140
2.2. Nappe T_{6AZA} (+64 – 67 m).....	140
2.2.1. Échantillonnage.....	140
2.2.2. Résultats.....	141
2.3. Nappe T_{10AZA} (+33 – 36 m).....	142
2.3.1. Échantillonnage.....	142
2.3.2. Résultats.....	142
2.4. Nappe T_{13AZA} (+12 – 17 m).....	143
2.4.1. Échantillonnage.....	143
2.4.2. Résultats.....	144
2.5. Conclusion.....	144
3. La vallée du Pico (T_{PICO})	145
3.1. Nappe T_{PICO} (+8 – 20 m).....	145
3.1.1. Échantillonnage.....	145
3.1.2. Résultats.....	146

3.2. Conclusion.....146

Partie IV : DISCUSSION, CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Chapitre 8 : Discussion des résultats.....151 – 166

1. Le karst de la Sierra de Atapuerca : Gran Dolina.....153

2. Les vallées fluviales : l'Arlanzón et l'Arlanza 159

3. Comparaison « système karstique vs système fluvial » 165

Chapitre 9 : Conclusions et perspectives.....167 – 172

Partie V : BIBLIOGRAPHIE

Chapitre 10 : Bibliographie.....173 – 190

Partie VI : ANNEXES

Annexe 1 : Cartes de distribution spatiale.....193 – 202

1. Irradiation Mai 2008.....195

2. Irradiation Octobre 2008 199

Annexe 2 : Courbes de croissance.....203 – 232

1. Gran Dolina.....205

2. Vallée de l'Arlanzón 219

3. Vallée de l'Arlanza225

4. Vallée du Pico.....229

LISTE DES FIGURES.....233 – 240

LISTE DES TABLEAUX.....241 – 246

MENCIÓN EUROPEA247 – 268

PUBLICATIONS..... 269

INTRODUCTION

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

La Sierra de Atapuerca fait partie des gisements les plus importants connus à l'heure actuelle dans le monde de la Préhistoire du fait des nombreux sites archéologiques et paléontologiques qu'elle renferme. Ces différents sites ont été piégés dans les remplissages du système endokarstique multiniveaux entre le Pléistocène inférieur et l'Holocène. Le secteur de la Trinchera del Ferrocarril (Fig. 1) rassemble deux des sites les plus importantes de ce complexe : Gran Dolina et Sima del Elefante. Le sommet de la couche TD6 de Gran Dolina a livré des restes d'hominidés qui ont servi à la définition de l'espèce *Homo antecessor* (Bermúdez de Castro et al., 1997). De son côté, le niveau TE9 de la Sima del Elefante a fourni un fragment de mandibule humaine, récemment attribuée à *Homo sp* (Bermúdez de Castro et al., 2011). Les datations radiométriques par nucléides cosmogéniques effectuées dans cette couche ont donné un âge de $1,22 \pm 0,16$ Ma à cette mandibule, laquelle constitue à l'heure actuelle, le reste d'hominidé le plus ancien d'Europe (Carbonell et al., 2008). Gran Dolina et Sima del Elefante font donc partie de l'ensemble des sites européens qui témoignent d'une première vague de peuplement humain de l'Europe dès le Pléistocène inférieur, appuyant l'hypothèse d'une colonisation ancienne du continent (Carbonell et al., 1996).



Figure 1. La Trinchera del Ferrocarril dans la Sierra de Atapuerca. Localisation des principaux sites archéologiques de ce secteur

Étant donnée l'importance du complexe archéologique de la Sierra de Atapuerca dans le cadre de la préhistoire d'Europe occidentale, de nombreuses recherches ont été menées depuis le début des années 80 afin d'améliorer la compréhension de la mise en place des remplissages des sites et des liens existants entre eux et l'environnement proche de la Sierra. Dans ce contexte, une étude de la géomorphologie des vallées fluviales environnantes (Benito-Calvo, 2004) et une étude portant sur la formation et l'évolution du système karstique de la Sierra de Atapuerca (Ortega, 2009) ont été récemment réalisées. Ces études ont mis en évidence une relation existant entre la mise en place du réseau fluvial du NE du bassin du Duero et le système endokarstique multiniveaux de la Sierra d'Atapuerca.

Pour compléter ces deux études, une nouvelle approche a été envisagée dans le cadre de cette thèse doctorale. Elle consiste en l'établissement d'un cadre chronostratigraphique régional permettant de corréler, en s'appuyant sur des datations paléodosimétriques, la formation et l'évolution des systèmes fluviaux de l'Arlanzón, de l'Arlanza et du Pico avec la mise en place du système endokarstique multiniveaux de la Sierra de Atapuerca. Des corrélations entre réseaux hydrographiques externes (fleuves) et internes (karst) basées sur l'application de datations absolues ont déjà été tentées dans d'autres endroits du monde, comme par exemple, en Chine (Yang et al., 2011). Ces premières approches constituent une base de réflexion pour notre propre travail.

Afin de mener ce travail à bien, il a été décidé d'appliquer la méthode ESR aux quartz optiquement blanchis (ESR-OB) extraits des sédiments fluviaux de ces trois vallées ainsi que du remplissage du site de Gran Dolina.

La datation ESR des grains de quartz extraits des sédiments est basée sur le principe d'une remise à zéro du signal sous l'effet de la lumière solaire (blanchiment optique) pendant leur transport et avant leur enfouissement. Dès lors que le quartz est enfoui à l'abri de l'exposition solaire, le signal ESR croît de nouveau sous l'effet de la radioactivité naturelle. L'évènement daté est donc le moment à partir duquel l'échantillon n'est plus exposé à la lumière ici le piégeage dans le karst ou, pour les sédiments fluviaux, le recouvrement par des nouveaux dépôts.

Le quartz offre un grand intérêt en géologie du Quaternaire car ce minéral est présent dans de nombreuses formations géologiques notamment dans les formations sédimentaires fluviales. Des travaux réalisés dans plusieurs vallées fluviales françaises comme la vallée du Cher, la vallée de la Loire (Despriée et al., 2003; Voinchet et al., 2010) ou encore la vallée de la Somme (Bahain et al., 2007) ont fourni des résultats cohérents sur ce type de sédiments, validant ainsi l'application de cette méthode de datation en contexte fluvial.

Nous avons cherché à élargir l'éventail des applications de cette méthode en nous intéressant au domaine karstique. En effet, compte tenu des études géologiques qui confirment la provenance de l'extérieur des cavités des grains de quartz présents dans les sédiments du remplissage de Gran Dolina, il est apparu pertinent de tester la méthode ESR OB sur ces sédiments de grotte.

La datation systématique des niveaux constituant le remplissage du site de Gran Dolina revêt donc une importance majeure dans ce contexte. Une partie importante de mon travail de thèse portera donc sur la datation par ESR sur quartz optiquement blanchi (ESR OB) de ce remplissage. L'application de cette méthode sur les sédiments d'origine karstique constitue un défi important dans cette thèse car cette méthode n'a jamais été utilisée jusqu'à présent dans ces environnements. Un grand nombre d'interrogation existait quand au support daté, par exemple nous ne savions pas si les grains de quartz extraits de ce type de sédiment avaient subi un blanchiment suffisant avant leur piégeage pour pouvoir être datés.

Dans ce contexte, la datation du site de Gran Dolina par la méthode ESR-OB présente un double intérêt : pour la méthode elle-même tout d'abord, puisque le cadre magnéto-chronostratigraphique (TL et ESR/U-Th et les études paléomagnétiques) particulièrement complet élaboré dans la partie supérieure (niveaux TD6 à TD11) du remplissage représente une opportunité unique de pouvoir tester et étalonner la méthode. Pour le site ensuite, car la partie inférieure (niveaux TD1 à TD5) n'a pas encore été l'objet de datations absolues alors qu'il s'agit des dépôts les plus anciens de la séquence et qu'ils pourraient être liés aux couches inférieures du site de Sima del Elefante, notamment le niveau TE9.

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Partie I : LA SIERRA DE ATAPUERCA ET SON ENVIRONNEMENT

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

CHAPITRE 1

Cadre géologique, géographique et géomorphologique

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

L'intégration de la zone d'étude dans son environnement géographique et géologique est une donnée essentielle à appréhender avant tout travail de recherche en géochronologie. Ceci est particulièrement vrai dans le cadre de la datation par résonance paramagnétique électronique (ESR) de quartz sédimentaire optiquement blanchi.

L'origine du quartz, le transport qu'il a subi en tant que sédiment et son mode de dépôt, sont des paramètres majeurs à prendre en compte pour obtenir un âge juste. La compréhension de l'histoire géologique et géomorphologique régionale est à la base des interprétations des âges obtenus et donc de l'établissement du cadre géochronologique régional. C'est pourquoi, le cadre géographique, géologique et géomorphologique de la zone d'étude de ce travail de thèse est donc brièvement présenté dans ce premier chapitre.

1. Cadre géographique

La Sierra de Atapuerca est une petite colline érodée située à 15 km à l'est de la ville de Burgos dans la région de Castille et León (Fig. 1.1)

Du point de vue géographique, elle est située dans le nord de la péninsule Ibérique, sur la limite nord orientale du « sous plateau » nord du Duero et constitue l'extrémité nord de la Cordillère Ibérique. Elle est placée au sein d'un corridor tectonique connu sous le nom de « Corridor de la Bureba » situé entre la Sierra de la Demanda (Cordillère Ibérique) et la Sierra de Ubierna (Cordillère Cantabrique). Ce corridor forme un passage naturel qui met en connexion les dépressions tertiaires des bassins des deux principaux fleuves espagnols, le Duero et l'Ebro

(Pérez-González et al., 2001 ; Benito-Calvo, 2004 ; Ortega, 2009) (Fig. 1.1). Dans ce contexte, la Sierra d'Atapuerca, dont le sommet ne dépasse pas 1085 m, est délimitée par les rivières Vena et Arlanzón, toutes deux appartenant au bassin hydrographique du Duero.

La Sierra se trouve à un carrefour biogéographique vers lequel confluent les influences climatiques méditerranéennes (par son aridité) et continentales (par ses températures). Le climat actuel de la Sierra de Atapuerca est ainsi qualifié de climat méditerranéen tempéré, relativement froid (à cause de son caractère semi montagneux) et peu humide, ce qui favorise la coexistence d'une grande variété d'espèces de faune et de flore. Ce point de confluence des biomes et de la géographie configure le contexte d'enregistrement sédimentaire quaternaire de la Sierra (Vallverdú et al., 2001).

2. Cadre géologique

Géologiquement, la zone étudiée appartient à la région nord-orientale du bassin cénozoïque du Duero et se situe dans la zone de contact entre la Cordillère Ibérique et la Cordillère Cantabrique, toutes deux liées à l'orogénèse alpine. Cette zone est caractérisée par trois domaines géologiques principaux (Fig. 1.1): *les terrains métamorphiques paléozoïques, le domaine carbonaté mésozoïque et les terrains sédimentaires cénozoïques.*

Les terrains métamorphiques Paléozoïques sont particulièrement visibles au niveau de la Sierra de la Demanda (partie occidentale de la Cordillère Ibérique) à l'est de Burgos. Ils sont majoritairement représentés par les terrains du Cambrien supérieur composés par une alternance de grès siliceux et d'ardoises puis dans une moindre mesure par des formations ordoviciennes et carbonifères. Le sommet de la séquence est formé par des ardoises argileuses suivies de conglomérats à galets de quartzite, quartz et ardoise. Des formations de grès, d'ardoises et de conglomérats, ordoviciennes et carbonifères, sont parfois aussi visibles dans l'environnement.

Le domaine carbonaté Mésozoïque est essentiellement formé par les terrains crétacés puis, dans une moindre mesure, par des formations triasiques (argiles rouges du Keuper) et jurassiques (dolomites et calcaires dolomitiques). Les formations triasiques et jurassiques affleurent sur la partie nord de la Sierra de Atapuerca.

Les matériaux crétacés sont constitués par des dépôts continentaux détritiques du Crétacé inférieur (Formation « Arenas de Utrillas ») et par une séquence carbonatée du Crétacé supérieur. Ces derniers dépôts présentent un intérêt tout particulier pour notre étude puisqu'ils constituent 60% des affleurements rocheux de la Sierra de Atapuerca et que leur altération est à l'origine des sédiments piégés dans le karst.

Ces dépôts correspondent à une série d'origine marine caractérisée par une alternance de calcaires (argileux-marneux), calcarénites, dolomites (micritiques, bioclastiques et oolitiques) et marnes gris-verdâtres (Benito-Calvo, 2004).

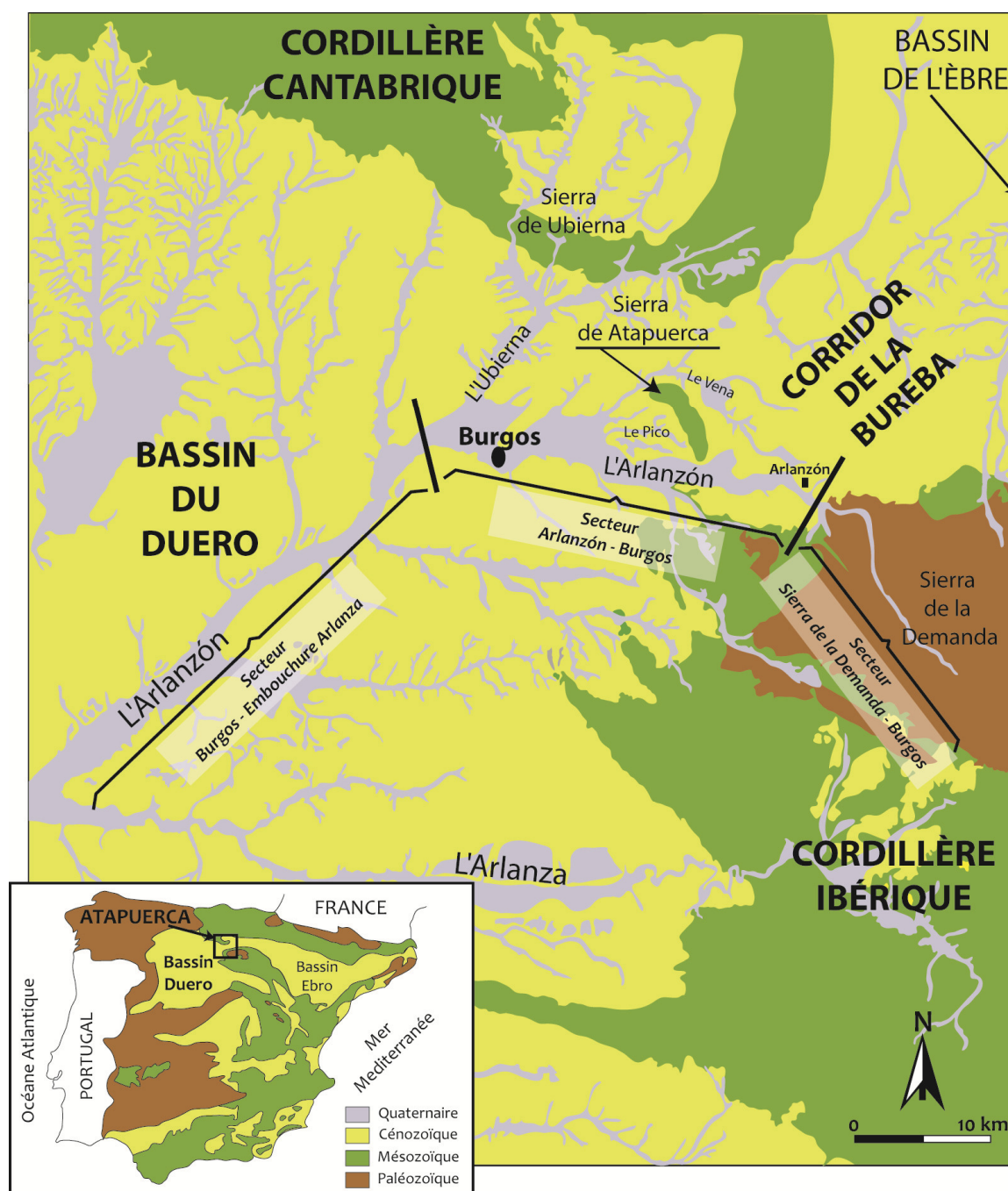


Figure. 1.1 Situation géographique et géologique de la Sierra d'Atapuerca et des vallées de l'Arlanzón, l'Arlanza et le Pico. Modifié de (Benito-Calvo, 2004).

Le troisième domaine est constitué par **les terrains sédimentaires tertiaires** du bassin du Duero. Les mouvements compressifs de l'orogénèse alpine (Crétacé supérieur-Paléogène) sont à l'origine de l'individualisation du bassin du Duero formant une dépression endoréique. L'enfoncement progressif du bassin par rapport à la surrection des systèmes alpins a provoqué

son remplissage par des matériaux continentaux provenant de l'érosion des reliefs voisins (Benito-Calvo & Pérez-González, 2007). L'ensemble de ces terrains sédimentaires a subi d'importantes déformations à l'Oligocène et au Miocène qui ont affecté leur géométrie ainsi que celle des terrains sous-jacents.

Sur les trois domaines précédemment détaillés viennent se déposer **les terrains quaternaires**, composés de facies d'altération et de dépôts alluviaux, graves, sables, limons et argiles. La nature de ces formations quaternaires est très différente suivant les terrains sous-jacents : arènes, cryoclastes carbonatés, argiles...

3. Cadre géomorphologique

D'un point de vue géomorphologique, la région d'étude a subi au Tertiaire et au Quaternaire une série de déformations structurales et de phases d'érosion qui lui ont conféré sa morphologie actuelle.

3.1. Formation de la Sierra de Atapuerca

Actuellement, la Sierra de Atapuerca, est un petit anticlinal couché composé par des calcaires et des dolomites du Crétacé supérieur (Turonien-Santonien inférieur) qui constitue un relief de type *mont* d'environ 150 m de hauteur entouré par rapport aux terrains tertiaires du bassin du Duero qui l'entourent.

D'après (Benito-Calvo & Pérez-González, 2007) la formation de ce relief peut s'expliquer de la façon suivante (Fig. 1.2).

Pendant la phase tectonique compressive qui s'est déroulée de l'Oligocène supérieur au Miocène inférieur (1), durant une période plutôt humide, les terrains calcaires mésozoïques ont subi une importante érosion qui a entraîné la sédimentation de matériaux détritiques (conglomérats, sables et argiles) dans le bassin (SD1) et la formation d'une surface d'érosion (SE1) sur le relief naissant.

La phase tectonique compressive se poursuit (2) vers une période d'intense aridité qui débute à la limite Miocène inférieur-moyen. Ces conditions favorisent la formation d'une deuxième surface d'érosion (SE2), les sédiments générés (SD2) se déposant dans le bassin sur les matériaux antérieurs. Pendant le Miocène moyen (3), une nouvelle phase de compression, provoque la verticalisation de la Sierra et la déformation de la SE2 et des sédiments détritiques du bassin.

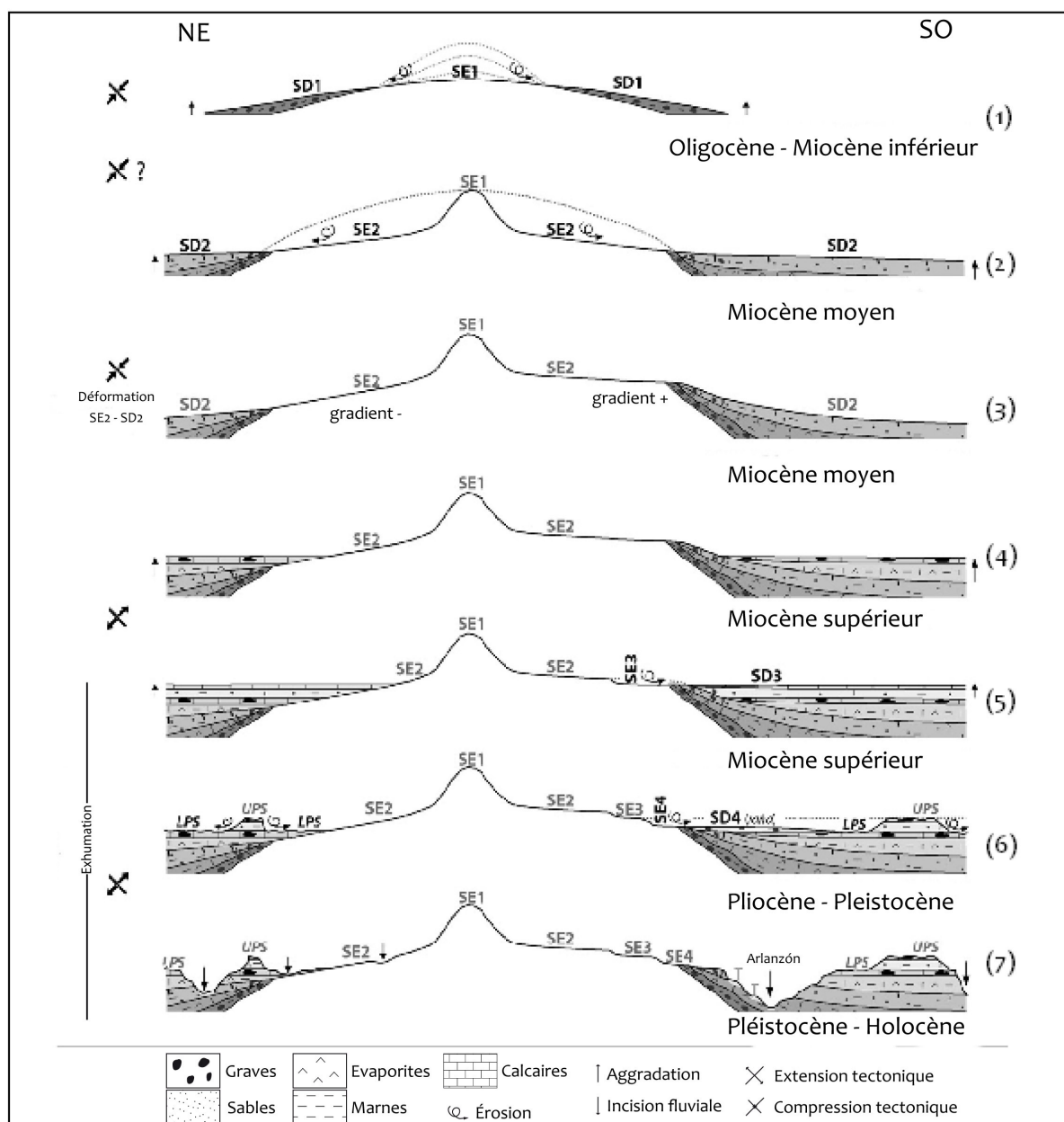


Figure. 1.2 Modèle d'évolution synthétique du secteur NE du bassin du Duero (Benito-Calvo & Pérez-González, 2007)

La SE2 et les sédiments du Miocène moyen déformés sont ensuite fossilisés par des dépôts lacustres du Miocène moyen-supérieur (4). Ces matériaux qui progradent vers la bordure du bassin, sont connus sous le nom de « Calcaires du Páramo inférieur (LPS) ».

Au Miocène supérieur, une phase tectonique distensive a touché la région (5). Pendant cette période, à nouveau marquée par une intense aridité, commence la formation de la surface d'érosion SE3 et la sédimentation de matériaux alluviaux dans le bassin (SD3). Ces dépôts se terminent par un niveau de calcaire (Calcaires du Páramo supérieur (UPS)) intensément affecté par des processus karstiques, fluviaux, éoliens ou édaphiques qui indiquent une nouvelle rupture de continuité sédimentaire.

Pendant le Pliocène, un régime d'érosion intense s'installe dans la région et le vidage du bassin Néogène commence. La formation d'une quatrième surface d'érosion (SE4) est liée à l'érosion des calcaires du Miocène supérieur (Calcaires des *Páramos*) (6). Pendant cette phase, la sédimentation Plio-Pléistocène génère des deltas alluviaux (SD4). Ces événements sont à l'origine de la mise en place du réseau hydrographique du bassin du Duero (7) qui, en creusant des vallées fluviales pendant le Pléistocène et l'Holocène, a continué à vider le bassin néogène.

L'évolution géomorphologique des différentes surfaces d'érosion montre que la Sierra de Atapuerca a été depuis le Paléogène un relief autour duquel se sont accumulés des matériaux et qui a subi l'action de plusieurs phases tectoniques et érosives.

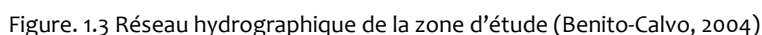
Ce massif carbonaté est percé par un important réseau karstique qui s'est mis en place pendant les différentes phases de formation de la Sierra (Chapitre 2).

3.2. Formations alluviales

Les vallées fluviales sont un élément fondamental dans la configuration actuelle du relief de la région NE du bassin du Duero et des cordillères environnantes. Au début du Quaternaire, cette région était caractérisée par des plaines calcaires présentant une topographie monotone dans lesquelles s'est installé le réseau hydrographique. Pendant le Pléistocène et l'Holocène, l'évolution de ce système de drainage a creusé les vallées que nous connaissons aujourd'hui générant lentement une orographie de plus en plus accidentée dans cette partie du bassin. Ce réseau a atteint un niveau phréatique général conditionnant le développement de l'endokarst de la Sierra de Atapuerca (Benito-Calvo, 2004 ; Ortega, 2009 ; Díez-Martín, 2010).

Les sources des rivières constituant ce réseau hydrographique se divisent entre la cordillère Cantabrique et la cordillère Ibérique (Sierra de la Demanda). Les rivières en provenance de la cordillère Cantabrique (Úrbel, Ubierna) coulent vers le sud tandis que celles qui ont leurs sources dans la cordillère Ibérique (Arlanzón, Arlanza, Cogollos) coulent de l'est vers l'ouest. Finalement, toutes confluent dans le collecteur principal « *Arlanzón-Arlanza-Pisuerga* » près de la ville de Palenzuela (Palencia) et prennent alors une direction NE-SO avant de se jeter dans le fleuve Duero (Benito-Calvo, 2004). Ces trois directions principales de drainage (N-S, E-O et NE-SO) suivent les structures tectoniques des cordillères alpines (plis et failles) et les accidents régionaux du socle (Pérez-González et al., 1994 ; Benito-Calvo, 2004 ; Ortega, 2009).

Les deux rivières principales de notre zone d'étude sont l'Arlanzón et l'Arlanza, étant également très importants, le Pico et le Vena (affluents de l'Arlanzón) puisqu'ils sont directement liés à l'évolution de la Sierra d'Atapuerca (Fig. 1.3) (Benito-Calvo, 2004).



Cette vallée asymétrique a développé un système de terrasses étagées sur la rive droite et des falaises abruptes sur la rive gauche. Actuellement, l'Arlanzón est une rivière à faible sinuosité, avec des chenaux secondaires entrecroisés fonctionnels pendant les moments de crue. Ses dépôts sont composés par des graves de roches métamorphiques de la Sierra de la Demanda (quartzites, ardoises et schistes) et dans une moindre mesure, par des graves de calcaire originaires des matériaux mésozoïques et des niveaux calcaires tertiaires (Benito-Calvo & Pérez-González, 2002).

- 17 -

matériaux tertiaires et mélangés de graviers calcaires originaires de la Sierra de Atapuerca ainsi que de sables et d'argiles.

Le Pico, qui prend sa source dans la Sierra de Atapuerca, est une rivière plus petite que les deux précédentes. La vallée du Pico, également nommée vallée de la Hoyada, traverse la Sierra d'est en ouest et la divise en deux secteurs (Fig.1.4): le secteur Matagrande (MA) au nord (1078 m d'altitude maximum) et le secteur San Vicente (SV) au sud (1082 m). C'est dans la partie ouest du secteur de San Vicente que l'on trouve le réseau karstique le mieux développé. Pendant le Quaternaire, l'incision de la vallée du Pico a érodé en amont la séquence carbonatée du Crétacé supérieur et les brèches de l'Oligocène et du Miocène inférieur de la Sierra de Atapuerca. En aval, cette rivière a traversé les dépôts miocènes du bassin et les matériaux pléistocènes des terrasses de l'Arlanzón (Benito-Calvo, 2004). Cette vallée présente donc des dépôts calcaires dans sa partie amont et des graviers siliceux en aval (Benito-Calvo & Pérez-González, 2002).

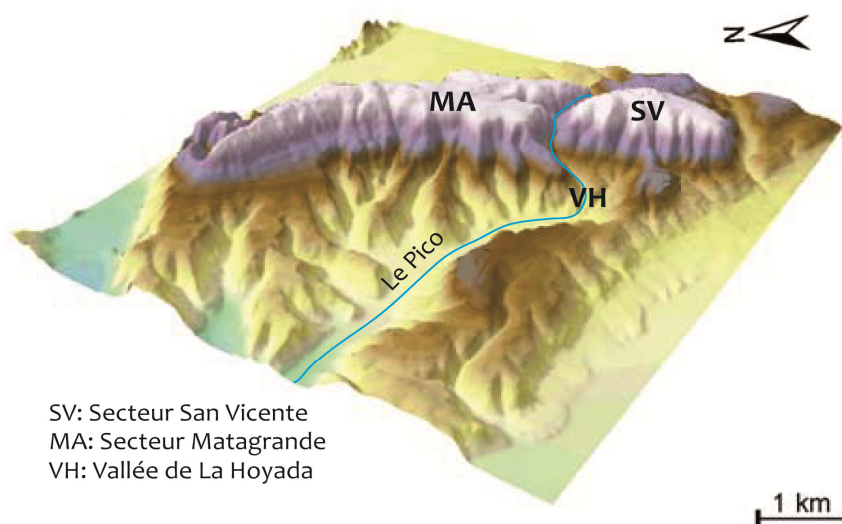


Figure. 1.4 La Sierra d'Atapuerca divisé en deux secteurs par la vallée de la Hoyada. Modifié de (Benito-Calvo, 2004).

Enfin, **l'Arlanza** prend sa source dans la Sierra de la Demanda et traverse les matériaux mésozoïques de la cordillère Ibérique.

Dans sa dernière partie, avant d'arriver dans le bassin du Duero, la vallée de l'Arlanza est très encaissée et prend une forme méandriforme. Lors de son parcours sur les sédiments tertiaires du bassin du Duero, elle se transforme en une vallée asymétrique qui coule d'est en ouest en traversant les conglomérats, sables et argiles du Miocène inférieur et moyen. Elle conserve cette direction jusqu'à sa confluence avec l'Arlanzón où elle prend une direction NE-SO (Benito-Calvo, 2004) jusqu'à se jeter dans le Pisuerga et finalement, dans le Duero.

CHAPITRE 2

Le karst de la Sierra de Atapuerca

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

La Sierra d'Atapuerca est caractérisée par la présence d'un réseau karstique très développé qui a piégé de multiples témoins des occupations humaines de la région au cours du Quaternaire.

Le terme karst est utilisé pour décrire un type particulier de terrain caractérisé par des grottes, des dépressions fermées et des longs systèmes de circulation d'eau souterraine (Ford & Williams, 2007). Ce type de paysage se développe de préférence dans des roches sédimentaires solubles comme le calcaire, les dolomites, les conglomérats à matrice calcaire, le gypse et plus exceptionnellement dans des quartzites et des grès. Cependant, une solubilité élevée des roches n'est pas suffisante pour produire un karst. La structure de la roche et sa lithologie jouent aussi un rôle très important. Une forte fracturation de la roche est ainsi nécessaire pour faciliter le passage de l'eau et donc la dissolution. Les reliefs karstiques sont le résultat d'une évolution géomorphologique, hydrogéologique et paleoclimatique longue et complexe (Ford & Williams, 2007 ; De Waele et al., 2009).

La Sierra de Atapuerca, anticlinal couché mésozoïque isolé dans les sédiments néogènes du bassin du Duero, a développé un modelé karstique dans les calcaires et les dolomites crétacés du Turonien moyen-supérieur, Coniacien et Santonien inférieur (Pineda, 1997). Ce modelé est caractérisé par la quasi absence de morphologies exokarstiques, représentées uniquement par quelques dolines et lapiaz. En revanche, un important système endokarstique, comprenant

plusieurs niveaux (multiniveaux) est situé dans la partie occidentale du secteur de San Vicente (Fig. 1.4). La formation et l'évolution de ce système endokarstique est en relation avec la mise en place du réseau fluvial du bassin du Duero (Ortega, 2009).

1. Formation et évolution d'un karst

La formation principale des galeries d'un système karstique commence dans la zone phréatique. Durant les longues périodes de stabilité du niveau piézométrique de la nappe phréatique, l'eau circule, dans cette zone noyée en permanence, par toutes les fissures en dissolvant la roche et en créant de grands conduits subhorizontaux (de type tunnel) le long de son parcours vers la zone de résurgence du karst.

De nouvelles conditions tectoniques et climatiques peuvent provoquer une incision des vallées fluviales situées à proximité du massif karstique et donc la baisse du niveau phréatique. Ce déséquilibre entre l'écoulement souterrain et le nouveau niveau phréatique entraîne un déplacement des résurgences karstiques et, en conséquence, une verticalisation du karst dans sa recherche à trouver le nouveau niveau piézométrique et donc à se stabiliser. Ce phénomène se fait par libération des eaux du système de galeries précédent et favorise, une fois que le niveau piézométrique de la nappe phréatique est redevenu stable, la formation d'un nouveau système de galeries ennoyé en dessous du précédent (Fig. 1.5).

La libération des eaux du niveau supérieur donne lieu à une phase d'inactivité hydrique pendant laquelle les processus gravitaires, principalement localisés dans les secteurs d'entrée, et des inondations périodiques durant les périodes de crues, constituent les phénomènes principaux de la nouvelle étape de la karstification. L'aération des conduits abandonnés par les eaux favorise la formation de spéléothèmes, caractérisée par l'infiltration de l'eau à travers des fissures.

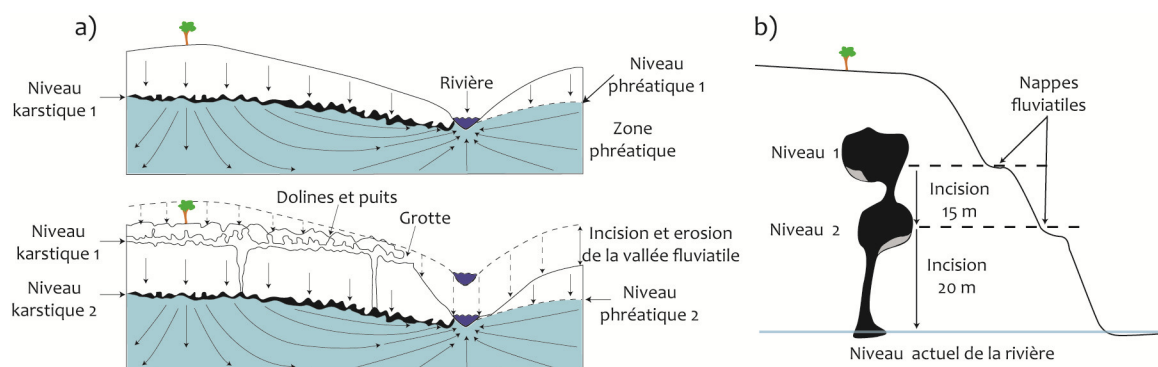


Figure. 1.5. Schéma de formation d'un système karstique multi-niveaux (a) Formation des différents niveaux karstiques en fonction de l'incision de la vallée fluviale. D'après (Strahler, 1987) (b) Rapport entre les niveaux karstiques et les nappes fluviales. D'après (Anthony, 2004).

La répétition de ces processus produisent un système étagé de galeries souterraines qui témoignent de la présence passée d'anciens niveaux piézométriques en relation directe avec l'évolution du réseau hydrographique régional (Fig. 1.5) (Ortega, 2009). Ce type de cavités est aussi caractérisé par la conservation d'importants dépôts accumulés par les flux d'eau et dont la datation permet d'établir un cadre chronologique en relation avec la dynamique fluviale.

2. Le karst multiniveaux de la Sierra de Atapuerca

La forme et la configuration du système endokarstique multiniveaux de la Sierra de Atapuerca et l'analyse du réseau hydrographique actuel suggèrent qu'il existe un rapport direct entre l'évolution du karst et l'incision fluviale de l'Arlanzón et de ses affluents (Pico et Vena) (Ortega, 2009).

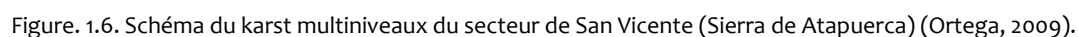
Cette dynamique fluviale aurait ainsi entraîné le développement et l'abandon de galeries et de conduits par les eaux souterraines à des altitudes supérieures au niveau phréatique actuel en engendrant un système à trois étages principaux reliés par de grandes cavités et par des avens (Fig. 1.6): le *niveau supérieur* (Galería del Sílex-Galería de las Estatuas) à environ +90 m d'altitude par rapport au niveau actuel de l'Arlanzón, le *niveau intermédiaire* (Galería del Silo-Galería Baja-Trinchera) à environ +74 m et le *niveau inférieur* (Sima de los Huesos-Cueva del Silo-Cueva del Compresor) à +60-63 m d'altitude.

La distribution et la direction de ces galeries sont fortement conditionnées par la structure générale du relief (directions aux environs de N170°E et pendage de 17-20°) mais aussi, par d'autres structures de plus petite envergure telles que des fissures de directions N20-40°E, N80-100°E et N110-130°E (Ortega, 2009).

2.1. Niveau supérieur (Galería du Sílex-Galería de las Estatuas)

Toutes les données altimétriques présentées ici sont mesurées par rapport à la base du lit actuel de l'Arlanzón.

Le niveau supérieur est constitué, de l'est vers l'ouest, par la Galería du Sílex, le Salón del Coro et la Galería de las Estatuas de Cueva Mayor (Fig. 1.6). C'est le plus grand et le plus long niveau de l'endokarst de la Sierra de Atapuerca et il est caractérisé par des conduits assez horizontaux d'environ 10 m de largeur et 15 m d'hauteur. Ces conduits ont été formés pendant une longue période de stabilité du niveau phréatique régional qui peut être corrélé avec la surface d'érosion SE4 (1025 m sur le niveau marin s.n.m) et la terrasse T_{2AZN} (+84-88 m) de l'Arlanzón (1020 m s.n.m) (Ortega, 2009).



Par la suite, la baisse du niveau phréatique, l'incision et l'encaissement de l'Arlanzón entre la terrasse T_{2AZN} (+84-88 m) et la T_{3AZN} (+70-78 m) a entraîné la verticalisation des conduits, notamment dans la « Galería del Sílex » et la « Galería de las Estatuas », et la libération des eaux du niveau supérieur. Le « Salon del Coro », situé au centre du niveau supérieur, est le seul point de liaison entre le niveau supérieur et le niveau intermédiaire (Fig. 1.6).

Depuis la libération des eaux dans les conduits du niveau supérieur, des processus gravitaires ont eu lieu et d'importants planchers stalagmitiques, parfois de grosses colonnes stalagmitiques, se sont formés et ont fait l'objet d'études paléomagnétiques, notamment à la Galería del Sílex, dévoilant une polarité magnétique inverse (J. M. Parés dans (Ortega, 2009) qui a été attribuée, par rapport à la géomorphologie régionale, à la période Matuyama (2,58-0,78 Ma).

2.2. Niveau intermédiaire (Galería del Silo-Galería Baja-Trinchera)

Le niveau intermédiaire, caractérisé par un conduit subhorizontal et assez sinueux, est constitué par la Galería del Silo et la Galería Baja de Cueva Mayor et les conduits coupés par la Trinchera del ferrocarril: Elefante, Galería et Dolina-Penal (Fig. 1.6).

La formation de ce deuxième niveau karstique a commencé pendant la période de stabilité de l'Arlanzón correspondant à la terrasse T_{3AZN} (+70-78 m). L'incision progressive de l'Arlanzón représentée par les terrasses T₄/T_{5AZN} (+63/61 m) à la T_{6AZN} (+46 m) a provoqué l'approfondissement des cavités naissantes en les verticalisant et libérant des eaux leurs parties supérieures. L'aération des cavités a favorisé le développement des processus gravitaires comme la chute de voûtes ce qui a, finalement, entraîné l'ouverture de la grotte et la connexion entre endokarst et exokarst. Ainsi, les cavités vont devenir accessibles aux hommes et aux animaux et l'accumulation de faciès allochtones à l'intérieur des grottes va se développer.

L'ouverture du niveau intermédiaire a commencé au début du Pléistocène inférieur dans le secteur de la *Sala de los Cíclopes*. Les dépôts de brèches et de limons n'ont pas livré de restes paléontologiques et les études paleomagnétiques ont donné une polarité inverse (Ortega, 2009). La *Sima del Elefante* constitue la deuxième ouverture. Dans cette cavité, la réactivation karstique sporadique pendant les moments de crues a été mise en évidence grâce aux discontinuités secondaires de la stratigraphie et aux processus érosifs type « *Cut and fill* » observés et qui affectent la séquence inférieure du remplissage. D'après les études paléontologiques, l'ouverture *Dolina-Penal* serait postérieure à celle de la *Sima del Elefante* ce qui indiquerait que cette partie du niveau intermédiaire est restée fermée plus longtemps puisque morphologiquement les deux parties sont contemporaines. Enfin, une dernière phase d'ouverture a été caractérisée par la chute de voûtes de Gran Dolina, Galería et, vraisemblablement, *Sima del Elefante*. Cette dernière

ouverture a été interprétée comme étant une conséquence de l'érosion associée aux conditions climatiques extrêmement froides subies en Europe pendant le MIS 12 (Ortega, 2009).

2.3. Niveau inférieur (Sima de los Huesos-Cueva del Silo-Cueva Peluda-Compresor)

Le niveau inférieur du karst est représenté par la Sima de los Huesos (Cueva Mayor) et les cavités de la Cueva del Silo, Cueva Peluda et Cueva del Compresor (Fig.1.6). Ce niveau a été formé pendant la période de mise en place de la T5_{AZN} (+50-55 m) et de la T6_{AZN} (+44-46 m). L'incision de la vallée pendant cette phase a permis l'entrée de graviers issus du démantèlement de roches métamorphiques et la formation d'une terrasse fluviale à l'intérieur de Cueva del Silo-Cueva Peluda. La mise en place de cette formation s'est accompagnée d'une érosion qui a agrandi les conduits et a entraîné des effondrements ainsi que l'altération des séquences d'entrée de la Sima del Elefante et de la Sala Cíclopes du niveau intermédiaire. La libération des eaux du niveau inférieur a eu lieu en même temps que la baisse du niveau de cette terrasse (T6_{AZN} (+44-46 m)), vraisemblablement, pendant le Pléistocène moyen (Ortega, 2009).

À partir de l'incision de la terrasse T7_{AZN} (+38-40 m), le réseau fluvial de l'Arlanzón est totalement déconnecté du karst, probablement à cause du déplacement de cette rivière vers le sud. À partir de ce moment, il se produit une ouverture généralisée des cavités par l'effondrement des voûtes offrant ainsi un abri aux hommes du Pléistocène, principalement, dans le niveau intermédiaire du karst (Gran Dolina, Galería et, sans doute, Sima del Elefante). Les niveaux TD10 de Gran Dolina, TGII-TGIV de Galería, les couches récentes de la Sima del Elefante (TE19) et les argiles fossilifères de la Sima de los Huesos sont les témoins de cette période aux alentours de 500 ka. Finalement, ces secteurs d'ouverture ont été fossilisés au début du Pléistocène supérieur (Falguères et al., 2001; Pérez-González et al., 2001 ; Rosas et al., 2006 ; Bischoff et al., 2007 ; Berger et al., 2008 ; Mallol & Carbonell, 2008).

3. Remplissage des cavités

Les cavités ont la particularité d'accumuler et de conserver des sédiments qui ont enregistré l'action des facteurs hydrauliques, climatiques et tectoniques. Les faits enregistrés sont nombreux et leur étude nous amène à la connaissance de la dynamique de l'endokarst ainsi qu'à l'archivage des données correspondant aux environnements de l'homme préhistorique (Blanc, 1997).

La Sierra de Atapuerca est caractérisée par un système karstique multiniveaux dont le remplissage des cavités a livré un registre paléontologique pléistocène exceptionnel. Dans ce chapitre, les séquences des conduits coupés par la Trinchera del Ferrocarril (Sima del Elefante,

Galeria-Zarpazos et Gran Dolina-Penal) sont présentées et vont nous apporter des informations précieuses pour la compréhension et l'interprétation des résultats chronologiques.

3.1. Sima del Elefante

La cavité nommée « Sima del Elefante » se situe dans l'extrémité sud de la Trinchera del Ferrocarril en constituant l'un des remplissages les plus connus de la Trinchera del Ferrocarril avec Gran Dolina et Galería. Sa séquence sédimentaire est constituée de 24 m de sédiments qui ont été divisés en 15 unités litho-stratigraphiques (TE7-TE21) et regroupés en trois phases de colmatage différenciées par une texture, une couleur et une composition clastiques distinctes (Rosas et al., 2001 ; Rosas et al., 2006) (Fig. 1.7.).

3.1.1. Lithologie

La **phase de colmatage I (Trinchera Elefante Lower Red Unit = TELRU)** comprend les unités TE7 à TE14 et est caractérisée par des sédiments allochtones disposés en couches fortement basculées vers le Nord (jusqu'à 40°), notamment TE7 à TE10, puis avec un pendage de moins en moins marqué dans les unités TE11 à TE14. Elle est composée d'une succession de coulées détritiques de blocs et de pierres subanguleuses (*debris flows*) avec une matrice argileuse brune très foncée avec de forts changements latéraux de faciès. Cette partie inférieure du remplissage est aussi très riche en restes de macro et micromammifères (Rosas et al., 2006; Rosas et al., 2001).

La **phase de colmatage II (Trinchera Elefante Upper Red Unit = TEURU)** est composée par les unités lithostratigraphiques TE15-TE19. L'unité TE15 érode le sommet de TE14 et donne lieu à une structure de *cut and fill* qui atteint le niveau TE9. La partie inférieure de cette séquence (TE15-TE16) est caractérisée par des coulées de graviers et de blocs à matrice marneuse claire, qui s'introduisent dans la cavité depuis le Sud. L'unité TE17 est une séquence de limons carbonatés sableux, massifs et bruns, intercalés entre des spéléothèmes calcitiques qui ont servi de support à des études paleomagnétiques (Rosas et al., 2001). Enfin, les unités TE18-TE19 sont caractérisées par des graviers moyens à grossiers à matrice rare et brune correspondant à des apports provenant autant du Sud que du Nord. Ces deux dernières unités ont livré d'abondants restes de macro et micromammifères contrairement aux unités TE15 à TE17 qui sont stériles (Rosas et al., 2006).

La **phase de colmatage III** présente les deux dernières unités. L'unité TE20 correspond à un dépôt détritique par gravité, de graviers et de blocs, avec très peu de matrice, tandis que l'unité TE21 correspond à un dépôt de Terra Rossa (Rosas et al., 2006). Ces unités colmatent la section majeure du gisement dans un conduit vertical au sud de la section centrale.

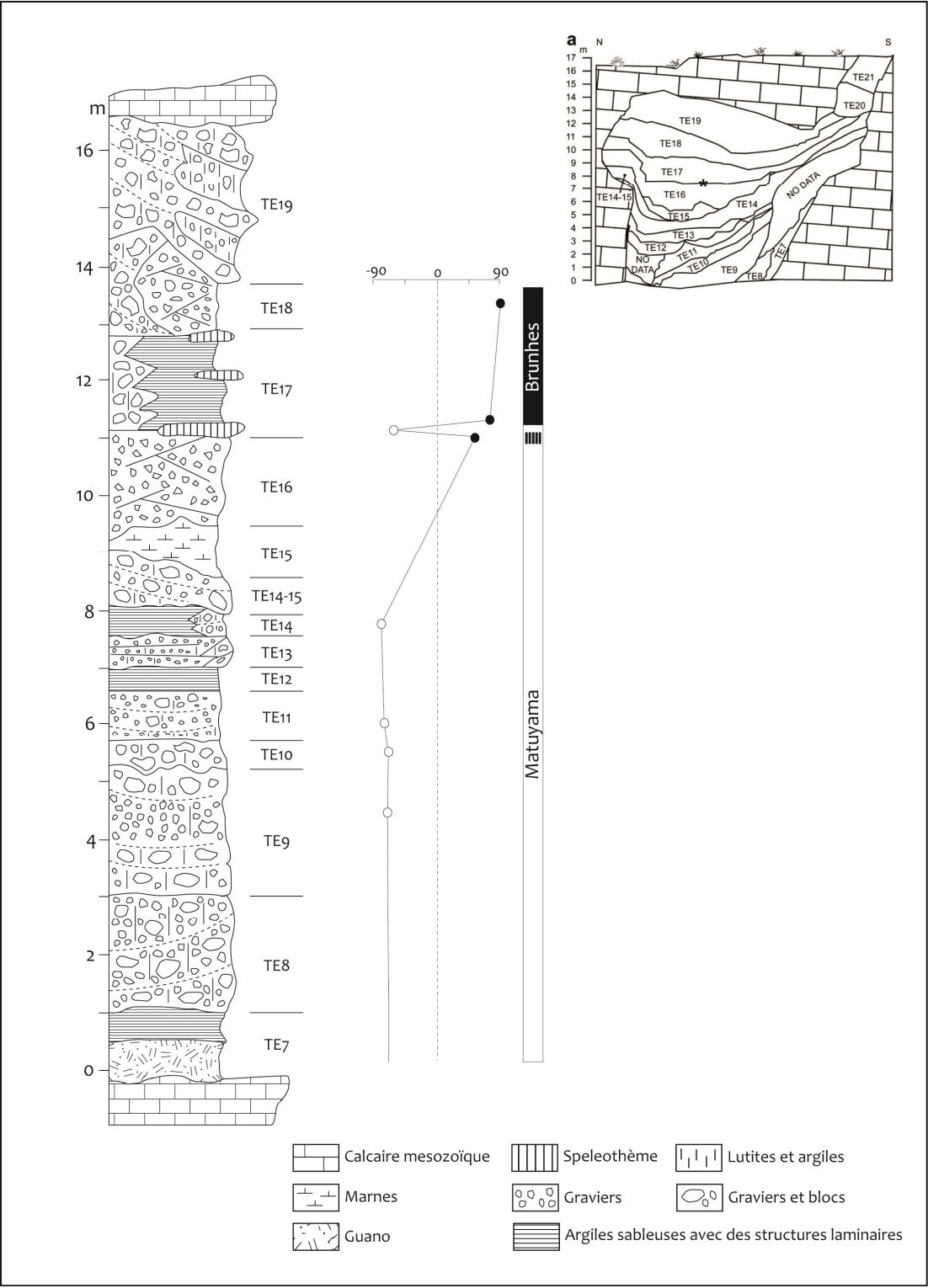


Figure. 1.7 Colonne stratigraphique synthétique et section de la Sima del Elefante. (*) La limite Matuyama-Brunhes est située au sein de l'unité TE17. Modifié de (Carbonell et al., 2008 ; Rodríguez et al., 2011).

Enfin deux sondages séparés de 5 m ont été réalisés en 2001 dans le but de connaître l'épaisseur totale de cette séquence et sa composition lithologique. Cinq couches composées de limons brunâtres, de limons à fragments de roche ou encore de limons brunâtres à guano ont été définies. Enfin, une couche composée des cailloux arrondis de quartzite a été repérée et interprétée comme appartenant au remplissage d'une cavité du niveau inférieur du karst par des dépôts fluviaux fossiles (Rosas et al., 2006). De nouvelles données obtenues par tomographie de résistivité électrique (ERT) ont confirmé l'existence de cette cavité sous le site de la Sima del Elefante, cavité dont l'effondrement expliquerait la déformation des unités inférieures de la phase I (Ortega et al., 2010).

3.1.2. Environnement et chronologie

Ces sédiments ont livré des nombreux restes archéo-paléontologiques lors des fouilles archéologiques menées depuis 1992 (Rosas et al., 2001). L'étude de la microfaune a permis d'attribuer l'ensemble des micro-vertébrés de l'unité TELRU à l'Unité Faunique d'Atapuerca 1 (ATA FU 1) caractérisée par des conditions tempérées et humides qui sembleraient correspondre à la phase Waalian (1.5-1.3 Ma). Les micro-vertébrés de l'unité TEURU ont été attribués à l'unité ATA FU 6 (Cuenca Bescós & García, 2007; Cuenca Bescós et al., 2010) de la fin du Pléistocène moyen (250-350 ka) (López-García et al., 2011).

Les études paléomagnétiques ont mis en évidence une inversion du champ magnétique attribuée à la limite Matuyama-Brunhes (0.780 Ma) au sein de l'unité TE17. Les unités lithostratigraphiques TE7 à TE16 montrent une polarité inverse tandis que les unités supérieures (TE17-TE19) montrent une polarité normale (Brunhes) (Parés et al., 2006).

3.1.3. Activité humaine

Les restes de macrofaune étudiés présentent des traces de découpe et l'assemblage lithique en silex du niveau TE9 (Mode I) (Rosas et al., 2001) démontrent la présence de l'Homme sur le site (Carbonell et al., 2008). Cette présence a été confirmée par la découverte d'un fragment d'humérus, d'une phalange et d'un fragment de mandibule humaine dans l'unité TE9. Cette mandibule (Fig. 1.8), attribuée d'une façon provisoire à l'espèce *Homo antecessor* (Carbonell et al., 2008), a récemment été rapprochée de *Homo sp* à partir des résultats d'une nouvelle étude morphologique (Bermúdez de Castro et al., 2011). Des datations radiométriques par nucléides cosmogéniques (^{26}Al et ^{10}Be) ont été réalisés sur ce niveau attribuant un âge à cette mandibule d'environ 1.22 ± 0.16 Ma (Bermúdez de Castro et al., 2011; Carbonell et al., 2008). L'assemblage lithique des unités supérieures (TE17-TE19) présente des caractéristiques des Modes II et III.

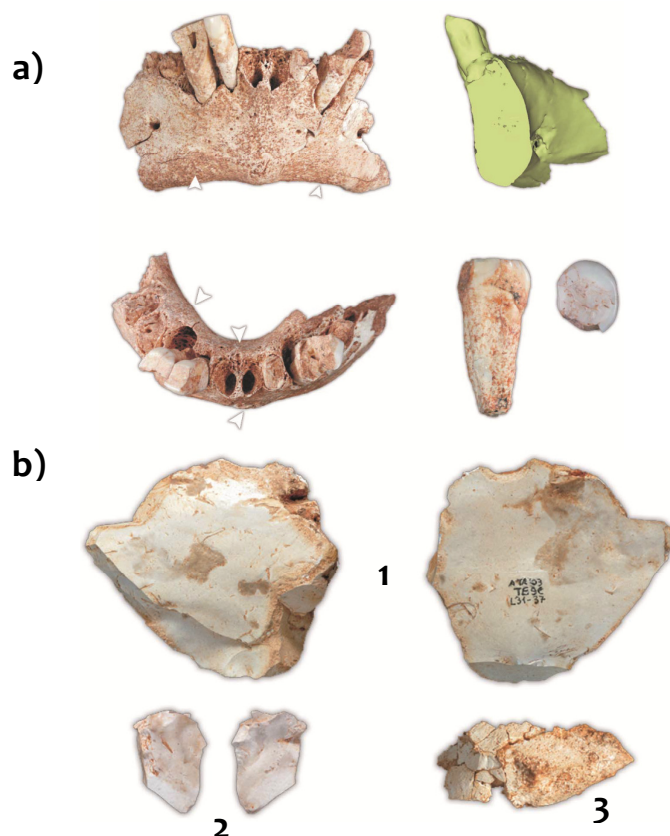


Figure 1.8. (a) Mandibule humain découverte au niveau TEg et attribué à *Homo* sp. (b) Assemblage lithique trouvé dans l'unité TEg : 1) et 2) Éclats en silex crétacé ; 3) Éclats en silex néogène (Carbonell et al., 2008).

3.2. Galería – Zarpazos

Le système Galería-Zarpazos, situé dans la partie centrale de la Trinchera, est le premier remplissage karstique fouillé dans la *Trinchera del Ferrocarril* et il est composé de cinq unités lithostratigraphiques nommées de la base au sommet TGI à TGV et par une formation édaphique nommée TGVII (Pérez-González et al., 2001; Pérez-González et al., 1999) (Fig. 1.9). En continuant vers le nord, on retrouve le secteur, appelé Zarpazos, où les unités TGI à TGIII apparaissent clairement. La présence de TGIV est douteuse et TGV est absent dans cette séquence.

3.2.1. Lithologie

L'unité TGI est formée par un faciès intérieur stratigraphiquement complexe avec de fortes variations latérales et verticales. Dans la partie inférieure de cette unité, les faciès dominants sont lutitico-gréseux laminés tandis qu'au sommet il y a des couches bioturbées et de fins niveaux de guano. Enfin, des spéléothèmes au mur et au toit de l'unité ont été également observés (Pérez-González et al., 2001).

Les unités TGII à TGV sont composées par des faciès allochtones clastiques formés d'éléments de la taille des graviers avec occasionnellement présence de blocs tombés des parois ou du toit de la cavité, avec une matrice argilo-limoneuse de couleur rougeâtre. Ces formations proviennent de l'environnement mésozoïque immédiat ou de l'altération et de la chute de blocs à l'intérieur des galeries (Pérez-González et al., 1999). **L'unité TGVI** est une formation édaphique qui colmate la cavité et qui a été classée comme un Petrocalcic Palexeralf en accord avec la « Soil Taxonomy » (Pérez-González et al., 1999).

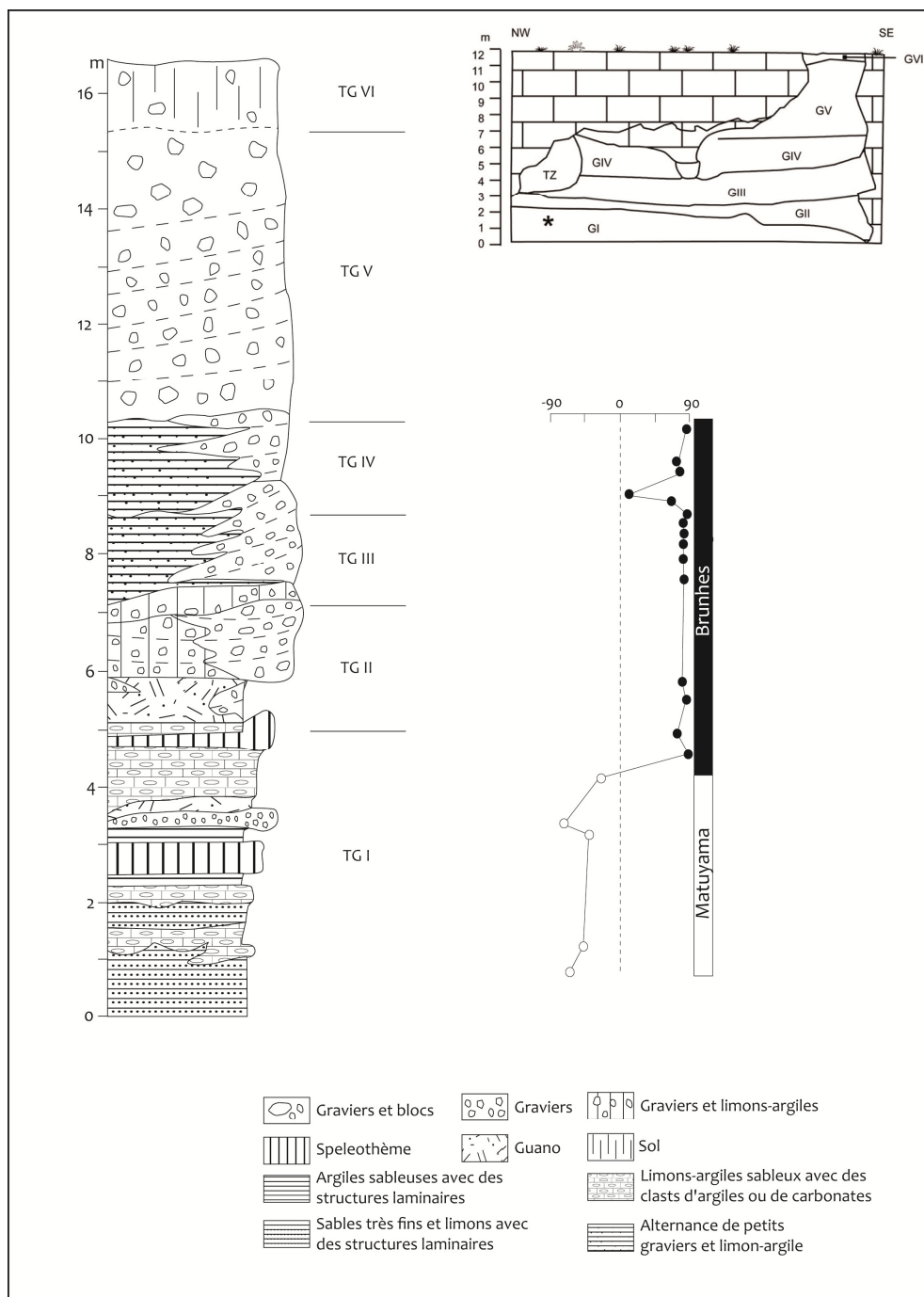


Figure. 1.9. Colonne stratigraphique synthétique et section de Galería. (*) La limite Matuyama-Brunhes est située dans le tiers supérieur de l'unité TGI (Pérez-González et al., 2001 ; Rodríguez et al., 2011).

3.2.2. Environnement et chronologie

L'étude des micromammifères effectuée dans les niveaux TGII et TGIII a permis leur attribution à l'unité ATA FU 6 (Cuenca Bescós & García, 2007; Cuenca Bescós et al., 2010) ainsi que les données paléomagnétiques situent la limite Matuyama-Brunhes au tiers supérieur de TGI (Parés & Pérez-González, 1995).

La datation par ESR sur calcite en provenance des spéléothèmes a livré les premières données chronologiques disponibles de Galería. La limite TGI-TGII a ainsi été daté de 317 ± 60 ka tandis que la partie supérieure de TGIII a livré un âge de 256 ± 33 ka et le sommet de TGIV un âge de 177 ± 211 ka (Aguirre, 1994 ; Falguères et al., 2001; Pérez-González et al., 2001; Pérez-González et al., 1999). Les nouvelles données radiométriques obtenues récemment par thermoluminescence indiquent un âge d'environ 450 ka pour les niveaux TGII-TGIII et 256 ± 33 ka et 185 ± 26 ka pour le niveau TGIV. Ces âges sont cohérents avec les résultats précédents et suggèrent l'existence d'un hiatus sédimentaire dans le sommet de l'unité TGIII dans un intervalle de 250-400 ka (Berger et al., 2008).

3.2.3. Activité humaine

À partir de TGII, les faciès allochtones indiquent l'ouverture de la cavité ce qui a permis non seulement l'entrée de sédiments mais aussi des animaux et des humains. Les niveaux inférieurs (TGII et TGIII), marqués par une intense occupation humaine, ont livré des nombreux restes de macro mammifères et un important assemblage lithique comprenant des bifaces en quartzite et silex attribué au Mode 2 (Fig. 1.10). Un fragment de crâne humain a été trouvé à la base de TGIII mais il n'a pas pu être assigné à une espèce concrète à cause de son mauvais état de conservation (Arsuaga et al., 1999).



Figure. 1.10 Mandibule de lion et bifaces trouvés dans le site Trinchera Galería (Ortega, 2009).

3.3. Gran Dolina

Le site de Gran Dolina, situé au nord de la Trinchera del Ferrocarril, est une cavité remplie par une séquence stratigraphique de 18 m d'épaisseur. Elle a été divisée en 11 unités de remplissage nommées, de la base au sommet, TD1 à TD11 (Gil et al., 1987; Parés & Pérez-González, 1999; Pérez-González et al., 2001). Cette séquence est composée d'une part par des faciès d'intérieur (TD1 et TD2) et d'autre part par des faciès d'extérieur, du niveau TD3-4 au niveau TD11. Dans sa partie basale, la cavité est divisée en deux parties par des grands blocs de calcaire ce qui lui confère une forme de dent vue en coupe (Fig. 1.11.). La partie nord de la cavité présente la séquence stratigraphique complète (TD1 à TD11) tandis que, dans la partie sud, il n'a pas encore été possible de bien différencier les niveaux inférieurs à TD6.

3.3.1. Facies d'intérieur

Les faciès d'intérieur de Gran Dolina sont constitués de sédiments en provenance de l'altération *in situ* du calcaire et de l'effondrement des toits et des parois des cavités. En ce qui concerne la composition minéralogique de la fraction d'argile, les composants minéraux dominants sont « *Illite-smectite* ». Le cortège minéralogique des minéraux lourds est caractérisé par l'association « *tourmaline-zircon* » tandis que les minéraux légers sont dominés par le quartz (71%) et les carbonates (26%) (Aleixandre & Pérez-González, 1999; Pérez-González et al., 2001).

3.3.1.1. Niveau TD1 et TD2

Les unités TD1 et TD2 sont stratigraphiquement les plus inférieures et représentent les deux niveaux de faciès d'intérieur de la stratigraphie de Gran Dolina.

○ *Lithologie*

TD1 est composé de 2 m de sédiments laminés argileux, de limons rougeâtre et de 2-3 % de sable fin. Ces sédiments se sont déposés sous des conditions de très basse énergie certainement liées avec l'incision du réseau fluvial (T_{4AZN} – T_{5AZN}). En revanche, TD2 est un niveau très induré, constitué par un mélange de grands blocs et de graviers anguleux calcaires qui proviennent de la chute du toit ou des parois de la cavité. Enfin, cette unité est couverte par un spéléothème très érodé en son sommet qui peut atteindre 60 cm d'épaisseur.

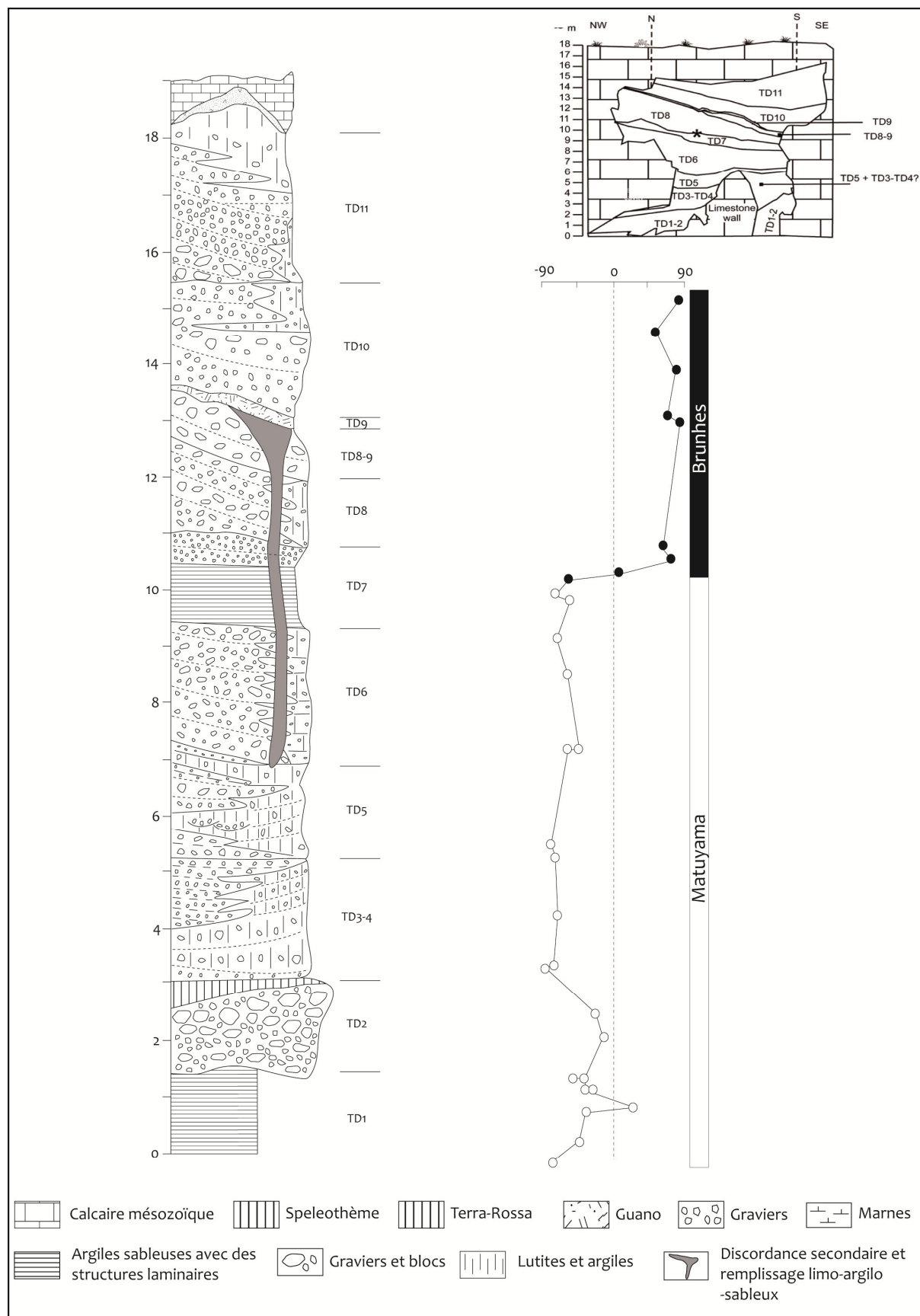


Figure. 1.11 Colonne stratigraphique synthétique et section de Gran Dolina. (*) La limite Matuyama-Brunhes est située au sommet de l'unité TD7. Modifié de (Pérez-González et al., 2001 ; Rodríguez et al., 2011).

○ *Environnement et chronologie*

L'étude paleomagnétique réalisée par (Parés & Pérez-González, 1999) a mis en évidence la présence, au sein du niveau TD1, d'une polarité positive dans le champ magnétique négatif de la période Matuyama qui a été provisoirement attribuée à l'évènement de Jaramillo (0.09 – 1.07 Ma) ou même Cobb Mountain (1.22 – 1.24 Ma) (Pérez-González et al., 2001). Le niveau TD2 montre uniquement une polarité magnétique négative liée à la période Matuyama (Parés & Pérez-González, 1995; Parés & Pérez-González, 1999) et, peut-être, en relation avec celle enregistrée dans la partie basale du niveau TGI à Galería-Zarpazos.

○ *Activité humaine*

La sédimentation de ces niveaux pendant une période où la cavité était fermée n'a pas favorisé l'accès aux animaux et aux humains et, en conséquence, les deux premiers niveaux du site de Gran Dolina sont stériles d'un point de vue archéologique et paléontologique.

3.3.2. Facies d'extérieur

L'ouverture de la cavité, certainement, liée à l'effondrement de la voûte, a permis l'entrée des sédiments à l'intérieur du karst en provenance de l'environnement proche. La composition minéralogique de la fraction argile est dominée par l'illite dans toute la section à exception du niveau TD11 où elle est caractérisée par l'ensemble « *illite-smectite* » typique des faciès d'intérieur. Le cortège minéralogique des minéraux lourds est composé majoritairement par « *tourmaline-zircon* » et les minéraux légers sont dominés par le quartz (61.6%) et les carbonates (33.2%) (Aleixandre & Pérez-González, 1999; Pérez-González et al., 2001). L'accès aux cavités par les animaux et les humains va être aussi favorisé par cette ouverture de la cavité et les premières traces d'occupation vont être enregistrées dans la séquence de remplissage de Gran Dolina.

3.3.2.1. Niveau TD3-4 et TD5

Le niveau TD3-4 coïncide avec l'ouverture de la cavité vers l'extérieur et, avec le niveau TD5, constitue le premier épisode d'entrée des sédiments allochtones à l'intérieur de cette cavité, généralement, du nord vers le sud. Ces deux niveaux sont aussi les témoins des premières occupations humaines du site de Gran Dolina et sont groupés puisqu'ils ont été attribués au même Stade Isotopique de l'Oxygène (OIS), l'OIS 22.

○ *Lithologie*

Le niveau TD3-4 atteint environ 2 m d'épaisseur et présente deux types de faciès. L'un est constitué de lutites sableuses rougeâtre-jaunâtre avec des cailloux calcaires subanguleux qui atteignent 15 cm, et l'autre est composé de graviers et de blocs (jusqu'à 30 cm) dans une matrice rare. Cette unité se situe sur le spéléothème du sommet de TD2, préalablement érodé, ce qui semble indiquer l'existence d'un important hiatus entre les niveaux TD2 et TD3-4 (Parés & Pérez-González, 1999; Pérez-González et al., 2001). Le niveau TD5, épais de 2,50 m, est également composé d'un faciès de limons et de blocs (jusqu'à 60 cm) en alternance avec quelques lits de graviers

○ *Environnement et chronologie*

D'un point de vue paléontologique, l'ensemble de micro et macromammifères du niveau TD3-4 correspond à l'Unité Faunique d'Atapuerca 2 (ATA FU 2) (Cuenca Bescós & García, 2007; Cuenca Bescós et al., 2010) caractérisée par l'apparition de *Iberomys huescarensis*, *Allocricetus* and *Crocota* tandis que le niveau TD5 correspond avec l'unité ATA FU 3. Cette unité est caractérisée par un ensemble de micromammifères très similaire à celui de l'unité ATA FU2 et c'est l'apparition des carnivores *Homotherium* cf. *latidens* et *Sus scrofa* ce qui indique la limite inférieure de l'unité ATA FU3 (Cuenca Bescós & García, 2007; Cuenca Bescós et al., 2010).

Des datations radiométriques n'ont pas été réalisées mais, d'un point de vue biostratigraphique, un âge d'environ 1 Ma a été proposé pour ces niveaux (Made, 1999). Le paléomagnétisme indique une polarité négative post-Jaramillo (0.99 – 0.78 Ma) (Parés & Pérez-González, 1995; Parés & Pérez-González, 1999) et ces deux niveaux ont été attribués au Stade Isotopique de l'Oxygène 22 (OIS 22) (Cuenca Bescós & García, 2007).

○ *Activité humaine*

Les industries lithiques recueillies dans les niveaux TD3-4 et TD5 sont peu nombreuses pour le moment (Fig. 1.12) et ont été attribuées au Mode 1. L'ensemble des artefacts est composé de quelques éclats, galets taillés et nucléus en quartzite (Carbonell et al., 2001; Ollé et al., 2010). D'autres traces d'activité humaine ont été enregistrées sous forme de traces de découpage ou de bris anthropique des ossements animaux (Huguet, 2007).

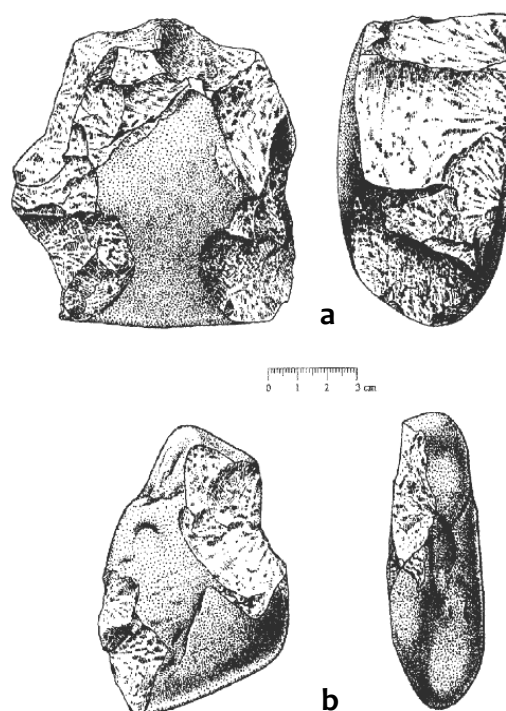


Figure. 1.12. Industrie lithique du Mode 1 recueillie dans la partie basale du site de Gran Dolina. **a** : nucléus en quartzite provenant du niveau TD5. **b** : Galet taillé en quartzite provenant du niveau TD3-4 (Carbonell et al., 2001).

3.3.2.2. Niveau TD6

○ Lithologie

Le niveau TD6 est constitué de 2-2,5 m de blocs et de graviers à faible matrice argileuse. Il a été divisé en trois unités lithostratigraphiques (Fig. 1.13), de la base au sommet : TD6-3, TD6-2 et TD6-1 (Rodríguez et al., 2011). L'unité TD6-2 (Strate Aurora), épaisse d'environ 25-30 cm et composée de lutites rouge-jaunâtres avec des clastes calcaires de la taille de gravier (Pérez-González et al., 2001), a été subdivisée elle-même en trois sous-niveaux, de la base au sommet (Bermúdez de Castro et al., 2008): sous-niveau « Jordi » composé de 12 cm de limons, un sous-niveau caractérisé par une séquence de graviers, d'argiles et de limons et enfin, le sous-niveau « Pep » constitué d'une épaisse couche de limons. Le niveau TD6-1 fut également divisé en trois sous-niveaux (TD6-1-1, TD6-1-2 et TD6-1-3) (Rodríguez et al., 2011) étant caractérisés par des séquences composés d'argiles, limons et graviers.

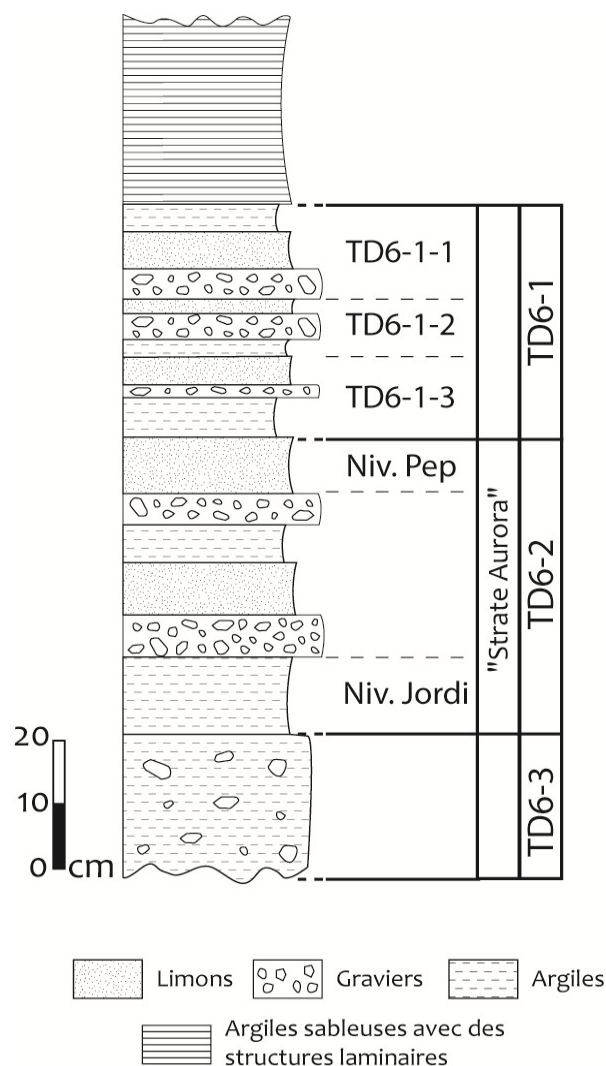


Figure 1.13 Stratigraphie synthétique du niveau TD6 (Bermúdez de Castro et al., 2008).

○ Environnement et chronologie

Le niveau TD6 a été attribué à deux unités fauniques différentes. La partie basale (TD6-3) correspond à l'unité ATA FU 3 tandis que les sous-niveaux TD6-2 et TD6-1 présentent un ensemble de micro et macromammifères correspondant à l'unité ATA FU 4. Cette unité est marquée par l'intervalle entre la dernière apparition de *Allophaiomys chalinei* et la première apparition de *Microtus ratticepoides* (Cuenca Bescós et al, 1999 ; Cuenca Bescós & García, 2007 ; Cuenca Bescós et al., 2010).

D'un point de vue chronologique, le niveau TD6 présente une polarité négative post-Jaramillo (0.99 – 0.780 Ma) (Parés & Pérez-González, 1995; Parés & Pérez-González, 1999). Des datations radiométriques par ESR/U-Th sur dents d'ongulés ont été réalisées dans le sous-niveau TD6-2 (strate Aurora) et un âge moyen de 731 ± 63 ka a été obtenu (Falguères et al., 1999). La

combinaison des données paléomagnétiques et les données ESR/U-Th attribuent donc au niveau TD6 un âge compris entre 780 et 857 ka (Falguères et al., 1999). L'unité TD6 avait été attribuée au OIS 21 ou 19 (Cuenca Bescós & García, 2007; Falguères et al., 1999) mais (Berger et al., 2008) propose un calage avec le OIS 25 en fonction des nouvelles datations obtenus par thermoluminescence effectuées (TL).

○ Activité humaine

Le niveau TD6 a livré 153 restes humains (Fig. 1.15) qui ont donné lieu à la définition d'une nouvelle espèce appelée *Homo antecessor* (Bermúdez de Castro et al., 1997) et représentée par 10 individus : cinq enfants, trois adolescents et deux jeunes adultes. 830 outils lithiques en silex (crétacé et néogène), quartzite, grès, calcaire et quartz et attribués au Mode 1, ont été également recueillis (Ollé et al., 2010) (Fig. 1.14). La chaîne opératoire complète a été reconnue à partir de cet ensemble ce qui démontre que les hominidés tallaient dans la cavité (Carbonell et al., 1999). La caractéristique la plus importante du comportement des hominidés de TD6 est la pratique du cannibalisme (Fernández-Jalvo et al., 1996).

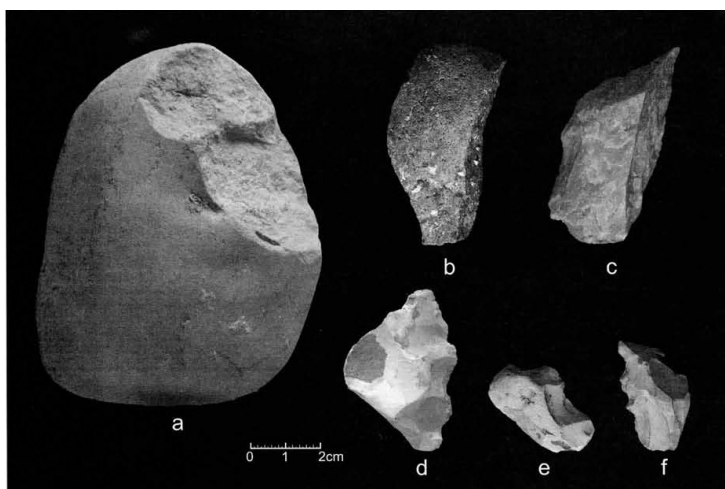


Figure. 1.14. Industrie lithique du Mode 1 recueillie dans le niveau TD6 du site de Gran Dolina. **a** : Galet taillé en calcaire (chooper); **b)** et **c)** : Éclats en quartzite; **d)** à **f)** : éclats retouchés (denticulés) en silex crétacé (Ollé et al., 2010).



Figure. 1.15. Assemblage de restes humains de TD6 attribués à *Homo antecessor* (EIA)

3.3.2.3. Niveau TD7

○ *Lithologie*

Le niveau TD7 est épais de 1,5 m et est composé d'une section de chenal fluvatile divisée en deux parties : la première constituée de calcarénites jaunâtres laminées avec des stratifications croisées de faible angulation et la deuxième partie composée des brèches de la taille des graviers. (Huguet, 2007) divise ce niveau en quatre sous-niveaux : TD7-1 et TD7-2 correspondant au sommet du niveau et caractérisés par des faciès de micro-conglomérats et TD7-3 et TD7-4 présentant de faciès laminés très indurés avec des sédiments plus argileux dans TD7-3 et plus limoneux dans TD7-4.

○ *Environnement et chronologie*

Ce niveau a été attribué à l'unité ATA FU 5 caractérisée par la présence de *Microtus ratticepoides* et *Blanus cinereus* et la disparition de *Canis mosbachensis* et *Crocota crocuta* (Cuenca Bescós & García, 2007; Cuenca Bescós et al., 2010 ; Cuenca Bescós et al, 2011). Il faut signaler la présence de restes de *Cervidae* et *Rinocerontidae* indet. dans le sous-niveau TD7-2 et de cf. *Pareovibos priscus* récupérés dans le sous-niveau TD7-3 découverts en semi connexion anatomique (Huguet, 2007). Cela indique que les corps des animaux ont été transportés entiers par un courant d'eau jusqu'à l'intérieur de la cavité.

Au sommet de cette unité (sous-niveau TD7-1), la limite Matuyama-Brunhes a été localisée (Parés & Pérez-González, 1995) et à la base de l'unité, un âge de 960 ± 120 ka a été obtenu par thermoluminescence (TL) (Berger et al., 2008).

○ *Activité humaine*

Le registre archéologique de ce niveau est composé d'un seul objet lithique recueilli pendant le sondage biostratigraphique effectué en 1993 (Rodríguez et al., 2001).

3.3.2.4. Niveau TD8, TD8-9 et TD9

Ces trois niveaux, épais d'environ 3 m, constituent les premiers sédiments du Pléistocène moyen du site de Gran Dolina et sont caractérisés par l'absence de traces d'activité humaine.

○ *Lithologie*

En ce qui concerne la lithologie, ils présentent des caractéristiques différentes. Le niveau TD8 est une unité constituée de plusieurs coulées de graviers et de blocs presque sans matrice (Pérez-González et al., 2001) avec un subfaciès de lutites notamment dans la partie sud. Le niveau TD8-9 (Rodríguez et al., 2010) débute par une brèche très indurée contenant des graviers d'une taille supérieure à 1 cm et est caractérisé par sa richesse en micromammifères et en ossements de lapins. Enfin, le niveau TD9 est composé de limons-argiles jaunâtre-rougeâtre et de sables fins à la base et d'un niveau de guano (excréments de chauve-souris) gris foncé au sommet. Dans le secteur sud de la section, le niveau TD9 couvre un puits vertical, colmaté par de dépôts limono-argileux avec une fraction sableuse assez importante, et qui atteint le sommet de TD5 (Pérez-González et al., 2001).

- *Environnement et chronologie*

Biostratigraphiquement, TD8 appartient à l'unité ATA FU 5 alors que TD8-9 a été attribué à l'unité ATA FU 6, celle-ci étant caractérisée par l'apparition d'*Homo heidelbergensis* et *Stephanorhinus hemitoechus* entre autres (Cuenca Bescós & García, 2007 ; Cuenca Bescós et al., 2010).

À Atapuerca, la transition Pléistocène inférieur-moyen est caractérisée par un changement environnemental enregistré entre les unités ATA FU 3-4 (TD6) et ATA FU 5-6 (TD7) qui montre une diminution de la biodiversité et un changement de l'ensemble faunique (Cuenca Bescós et al., 2010). L'exemple le plus caractéristique est la disparition de *Miomys savini* pour laisser la place à *Iberomys brecciensis* dans le niveau TD8-9 (Carbonell et al., 1995 ; Cuenca Bescós et al., 1999).

Le niveau TD8 a été attribué au OIS 18 (Cuenca Bescós & García, 2007) mais l'augmentation, dans le niveau TD8-9, d'espèces telles que les lapins suggère un changement environnemental caractérisé par la transition de paysages humides et forestiers à des environnements plus ouverts et secs et probablement vers des conditions plus froides (Cuenca Bescós et al., 2011). Cette unité a été attribuée au OIS 13 ou 15 (Cuenca Bescós & García, 2007).

Les datations radiométriques effectuées sur des dents d'ongulés par ESR/U-Th ont donné un âge moyen de 602 ± 52 ka pour le niveau TD8 (Falguères et al., 1999). Récemment, des datations par thermoluminescence ont été effectuées et deux nouveaux âges ont été obtenus : 820 ± 140 ka pour TD8 et 480 ± 130 ka pour TD9 (Berger et al., 2008).

- *Activité humaine*

Pour le moment, il n'y a pas de trace d'occupation humaine dans les niveaux TD8, TD8-9 et TD9

3.3.2.5. Niveau TD10

L'unité TD10 représente clairement un moment d'ouverture vers l'extérieur avec des points d'entrée au Nord et au Sud de la section.

- *Lithologie*

Ce niveau, pouvant atteindre jusqu'à 3 m d'épaisseur dans le secteur central, est composé de débris de graviers, de boues rougeâtres et des blocs métriques (jusqu'à 1,5 m) en provenance de l'effondrement des parois de la cavité. Latéralement, vers le sud de la section, les faciès argileux rougeâtres deviennent plus sableux (Pérez-González et al., 2001). Ce niveau a été subdivisé en quatre sous-niveaux (de la base au sommet) : TD10-4, TD10-3, TD10-2 et TD10-1 (Mallol & Carbonell, 2008).

- *Environnement et chronologie*

L'unité ATA FU 6 est toujours représentée à Gran Dolina dans le niveau TD10 celui-ci ayant été attribué au OIS 9 – 11 (Cuenca Bescós & García, 2007) (Cuenca Bescós et al., 2010). Les premières datations effectuées en TD10 ont livré un âge moyen de 337 ± 29 ka pour TD10-1 et 372 ± 33 ka pour TD10-2 (Falguères et al., 1999). Les nouvelles datations réalisées par thermoluminescence donnent des âges légèrement différents : de 244 ± 26 ka pour le sous-niveau TD10-1 et de 430 ± 59 ka pour le sous-niveau TD10-3 (Berger et al., 2008).

- *Activité humaine*

Le niveau TD10 est toujours en cours de fouille (Fig. 1.16) et pour l'instant, seuls les sous-niveaux TD10-1 et TD10-2 ont été fouillés.

Le sous-niveau TD10-2 est caractérisé par la présence dominante des restes de bovidés (*Bison* sp.) et par l'évidence de tout le processus d'exploitation des carcasses. L'ensemble lithique (Mode 2) montre cependant une très faible variété des matières premières, dominées par le silex (Rodríguez et al., 2011). Le sous-niveau TD10-1, ayant livré plus de 80,000 restes d'ossements et de fragments d'ossements et 20,000 artefacts et débris, a été interprété comme un niveau d'intense occupation, notamment à la base. L'exploitation des carcasses est toujours très importante mais les grands bovidés sont remplacés par des ongulés moyens (cervidés et chevaux). L'ensemble lithique montre des caractéristiques qui semblent indiquer la transition technologique du mode 2 vers le mode 3 (Rodríguez et al., 2011). Pour le moment, aucun reste humain n'a pas été trouvé à TD10.



Figure. 1.16 Sol de fouille dans le niveau TD10 (Ortega, 2009)

3.3.2.6. Niveau TD11 et Terra-Rossa

- *Lithologie*

Les dépôts de TD11 colmatent la cavité de Gran Dolina et sont composés de petits graviers organisés avec des structures internes de courants et de boues où deux directions d'apports clastiques ont été reconnues : par le nord et par le sud. Les sédiments de Terra-Rossa remplissent les ouvertures et les diaclases de calcaires du toit de la cavité (Pérez-González et al., 2001).

- *Environnement et chronologie*

Le niveau TD11 a été daté par thermoluminescence de 240 ± 44 ka pour la base et 198 ± 19 ka pour le sommet. La Terra-Rossa a été datée de 55 ± 14 ka (Berger et al., 2008).

- *Activité humaine*

Le niveau TD11 est stérile d'un point de vue archéologique.

3.4. Trinchera Penal (TP)

Le site de Trinchera Penal est situé en face de Gran Dolina, de l'autre côté de la Trinchera del Ferrocarril. Les nombreuses similitudes entre les sédiments de ces deux sites et « l'apparente »

orientation des niveaux de Penal vers Gran Dolina suggèrent une possible connexion des sites, Penal étant placé à l'entrée de la cavité.

3.4.1. Stratigraphie

La stratigraphie du site Penal est caractérisée par deux zones : la coupe principale (TP) et « le tube (Tb) ». La corrélation entre les deux est à l'heure actuelle assez difficile (Fig. 1.17).

3.4.1.1. La coupe principale

La coupe principale est caractérisée par 10 niveaux (TP1 à TP10) à fort pendage vers le nord et elle présente une extension latérale d'environ 6 m (Fernández-Jalvo, 1995)

Le niveau TP1 n'a pas livré de fossiles et il est composé par des limons brunâtres avec quelques lentilles de sable fin intercalées et localement cimentées. TP2 est une brèche très cimentée et altérée avec très peu de matrice et un contenu fossilifère très rare. TP3 est un niveau limoneux rougeâtre avec une accumulation de blocs de calcaire et de graviers vers le sommet. Les fossiles sont très abondants vers le sommet mais rares dans le reste de l'unité. Les niveaux TP4, TP5 et TP6 ne présentent pas de fossiles et il s'agit de trois niveaux en forme de coin caractérisés, respectivement, par des microconglomérats, des brèches indurées et des blocs avec très peu de matrice. Le niveau TP7 est composé de graviers et de blocs de calcaire mal classés dans une matrice limoneuse ; TP8 est une brèche de blocs avec une matrice presque inexistante et TP9 est un conglomérat avec une matrice abondante. Ces trois niveaux (TP7, TP8 et TP9) sont les plus riches d'un point de vue paléontologique. Enfin, TP10 est une brèche très indurée.

3.4.1.2. Le tube

« Le tube » est la zone la plus proche de la paroi de la cavité vers le nord-ouest du remplissage de Trinchera Penal. La stratigraphie de cette zone n'est pas claire et elle a été interprétée comme un accident géomorphologique local (Fernández-Jalvo, 1995) (Fig. 1.17).

La stratigraphie a été divisée en quatre niveaux. Le niveau 1 (Tb1), épais de 1,60 m, est constitué d'argiles et de limons jaunâtres avec des graviers. L'abondance des graviers ainsi que la richesse paléontologique augmente vers le sommet du niveau, Tb1 étant stérile à la base. Le niveau 2 (Tb2), très riche d'un point de vue paléontologique, est composé de 1,35 m de coulées de blocs et de graviers désordonnés dans une matrice limoneuse. Le niveau 3 (Tb3) est caractérisé par 40 cm de blocs de calcaire dans une abondante matrice limoneuse localement indurée et avec un contenu fossilifère rare. Enfin, le niveau 4 (Tb4) est composé de grands blocs de calcaire et de

graviers dans une abondante matrice limoneuse brunâtre-rougeâtre non consolidée. Ce dernier niveau, épais de 3,20 m, présente une grande richesse paléontologique.

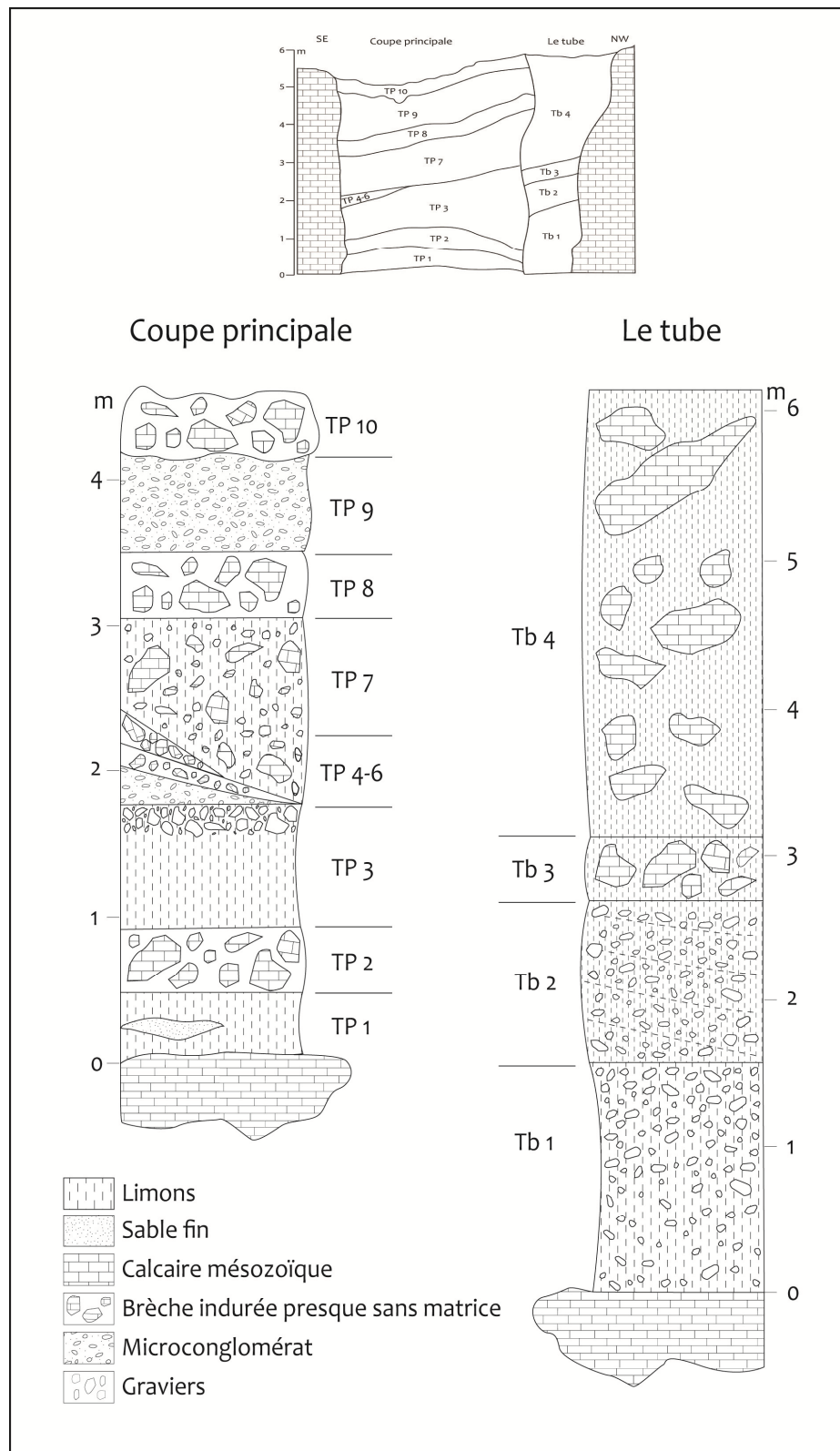


Figure. 1.17 Colonne stratigraphique synthétique et section de Trinchera Penal. Modifié de (Fernández-Jalvo, 1995)

3.4.2. Environnement et chronologie

D'après les études taphonomiques effectuées par Fernández-Jalvo (1995), l'accumulation des micromammifères des niveaux TP2-TP3 et le sommet de Tb1 aurait eu lieu grâce à un transport hydrique tandis qu'à partir du niveau Tb2, l'accumulation serait le résultat de l'activité des prédateurs. Les fossiles des niveaux TP7-TP8 et Tb3-Tb4 présentent des caractéristiques propres d'une zone d'entrée de cavité alors que les fossiles de TP9 montrent des altérations dues à l'exposition aux phénomènes de météorisation, suggérant un environnement ouvert.

Fernández-Jalvo (1995) fait une corrélation entre le site de Trinchera Penal et la partie basale et centrale de Gran Dolina (TD3-4 à TD6) à partir du registre paléontologique livré par les dépôts de faciès d'entrée des unités TP3 à TP9 et Tb1 à Tb4. Malgré cette relation, pour cet auteur, Gran Dolina et Trinchera Penal sont indépendants d'un point de vue sédimentologique. Par ailleurs, (Ortega, 2009) considère que cette indépendance sédimentologique est difficile à comprendre si l'on tient en compte du fait que les deux sites appartiennent au même conduit karstique. Pour cet auteur, Gran Dolina et Trinchera Penal font partie d'une même cavité qui a reçu des apports de deux points d'entrée différents ce qui expliquerait les différences sédimentologiques.

D'un point de vue chronologique, il n'y a pas de datations effectuées sur ce site mais si la corrélation entre Trinchera Penal et Gran Dolina est correcte, le site de Penal se trouverait près de la limite Pléistocène inférieur-moyen.

3.4.3. Activité humaine

L'intervention archéologique effectuée dans le site de Trinchera Penal, constituée de deux petits sondages, n'a pas permis de reconnaître de traces d'activité humaine.

CHAPITRE 3

Les vallées fluviales

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

La région NE du bassin du Duero, comme évoqué précédemment (Chapitre 1), est caractérisée par une orographie assez accidentée résultat de l'installation et de l'évolution d'un important réseau hydrographique au début du Quaternaire. Ce réseau hydrographique conditionné par les structures tectoniques des cordillères alpines, est composé de deux fleuves principaux : l'Arlanzón et l'Arlanza.

1. La vallée de l'Arlanzón

L'Arlanzón est une rivière à faible sinuosité qui prend sa source dans la Sierra de la Demanda et se jette dans l'Arlanza environ 120 km plus tard. Elle est caractérisée par une vallée asymétrique qui peut être divisée en trois secteurs en fonction de la direction de la rivière et du substratum traversé (Fig. 1.1). Le premier secteur, nommé « **Sierra de la Demanda-Arlanzón** », est caractérisé par une rivière qui coule du SE vers le NO en entaillant les matériaux paléozoïques de la Sierra de la Demanda. Dans le secteur intermédiaire ou secteur « **Arlanzón-Burgos** » la rivière traverse les dépôts tertiaires continentaux et prend une direction E-O. Enfin, au niveau de la confluence avec l'Ubierna, l'Arlanzón change brusquement de direction et coule du NE vers le SO jusqu'à se jeter dans l'Arlanza en traversant les matériaux tertiaires du bassin du Duero. C'est le secteur « **Burgos-embouchure dans l'Arlanza** »

D'après Benito-Calvo (2004), le système fluvial de cette vallée est organisé en une séquence de quatorze nappes alluviales de T1_{AZN} (+92-97 m) à T14_{AZN} (+2-3 m) et la plaine alluviale qui a été divisée en deux sous-niveaux : T15_{AZN} (+1 m) et T16_{AZN} (+0,2 m) (Tableau 1.1). La composition des nappes dépend en partie des roches traversés mais, de manière générale, les nappes de l'Arlanzón sont composées des graviers quartzitiques avec une matrice sablo-argileuse

d’origine édaphique. Dans une moindre mesure, des graviers de roches d’origine métamorphique comme les ardoises ou encore des graviers calcaires peuvent y apparaître.

Afin d’établir le rapport entre l’évolution des niveaux de nappes phréatiques de la vallée de l’Arlanzón et la Sierra d’Atapuerca, une datation systématique des nappes alluviales de la vallée a été entreprise. La zone d’étude de ce travail se situe dans le secteur « Arlanzón-Burgos » puisque, dans ce secteur intermédiaire, l’Arlanzón englobe la bordure sud de la Sierra d’Atapuerca et contrôle le drainage des versants grâce à ses affluents, le Vena et le Pico.

Vallée de l'Arlanzón		
Nappe alluviale		Altitude relative (m)
Plaine alluviale	T16 _{AZN}	+ 0,2
	T15 _{AZN}	+ 1
T14 _{AZN}		+ 2 - 3
T13 _{AZN}		+ 4 - 6
T12 _{AZN}		+ 8 - 10
T11 _{AZN}		+ 12 - 13
T10 _{AZN}		+ 13 - 20
T9 _{AZN}		+ 19 - 30
T8 _{AZN}		+ 26 - 35
T7 _{AZN}		+ 38 - 42
T6 _{AZN}		+ 44 - 46
T5 _{AZN}		+ 50 - 54
T4 _{AZN}		+ 60 - 67
T3 _{AZN}		+ 70 - 78
T2 _{AZN}		+ 84 - 88
T1 _{AZN}		+ 92 - 97

Tableau 1.1. Séquence des nappes fluviales de la vallée de l’Arlanzón d’après (Benito-Calvo, 2004).

Par ailleurs, le secteur Arlanzón-Burgos présente une très bonne représentation de la séquence de nappes proposée par Benito-Calvo (2004) que nous allons détailler ensuite.

1.1. Secteur « Arlanzón-Burgos »

Le secteur « Arlanzón-Burgos » constitue la partie de la vallée de l’Arlanzón située entre le village d’Arlanzón à l’est et la ville de Burgos à l’ouest. Cette vallée présente une forte asymétrie avec un système de terrasses étagées sur la rive droite et des falaises abruptes creusées dans les matériaux tertiaires, parfois surmontés par des terrasses anciennes, sur la rive gauche. Dans ce

secteur, la vallée coule selon une direction E-O ce qui a été interprétée par Zazo et al (1983) comme une direction d'origine tectonique liée aux failles de même direction. L'existence d'un tel accident tectonique suivi par la rivière pourrait expliquer la forte asymétrie de la vallée.

La séquence de nappes fluviales peut être divisée en trois parties en fonction de l'altitude, le sédiment formant la nappe et la morphologie : les nappes supérieures, les nappes intermédiaires et les nappes inférieures.

Les nappes supérieures, caractérisées par une morphologie étagée, sont les nappes T_{1AZN} (+92-97m) à T_{3AZN} (+70-78m). Elles sont composées de dépôts de graves quartzitiques parfois rubéfiés (T_{1AZN}) parfois ferrugineuses (T_{2AZN}) et d'argiles rouges d'illuviation.

Les nappes intermédiaires englobent les terrasses T_{4AZN} (+60-67m) à T_{10AZN} (+13-20m). Il s'agit de nappes emboîtées composées de barres de graves quartzitiques arrondies recoupées par des chenaux de sables grossières, moyennes et fines sans structures sédimentaires. Les niveaux sableux-limoneux des nappes T_{4AZN} et T_{5AZN} ont été utilisés pour effectuer des analyses paléomagnétiques qui ont montré une polarité magnétique négative pour la nappe T_{4AZN} et positive pour la nappe T_{5AZN} (J.M. Parés dans (Benito-Calvo et al., 2008)). Il est parfois difficile de différencier ces nappes entre elles comme, par exemple, les nappes T_{6AZN} (+44-46m) et T_{7AZN} (+38-40m) et les nappes T_{8AZN} (+26-35m) et T_{9AZN} (+19-30m) puisqu'elles ne sont séparées que par un encaissement très faible.

Les nappes inférieures (T_{11AZN} (+12-13m) à T_{14AZN} (+2-3m)) sont à nouveau étagées et sont caractérisées par des dépôts de graves quartzitiques avec une matrice argilo-sableuse et quelques niveaux de sables fins.

2. La vallée de l'Arlanza

L'Arlanza prend sa source dans la Sierra de la Demanda, entre la Sierra de Neila et les Picos de Urbión, et se jette dans le Pisuerga environ 160 km plus tard. Elle est caractérisée par une vallée asymétrique qui peut, comme pour l'Arlanzón, être divisée en trois secteurs en fonction de la direction de la rivière et du substratum traversé (Fig. 1.1). Le premier secteur, nommé « **Sierra de la Demanda-Covarrubias** », est caractérisée par une rivière méandriforme qui coule du SE vers le NO en creusant les matériaux mésozoïques de la Cordillère Ibérique. Dans le secteur intermédiaire ou secteur « **Covarrubias-confluence avec l'Arlanzón** » la rivière traverse les dépôts tertiaires continentaux et prend une direction E-O. Enfin, au niveau de la confluence avec l'Arlanzón, l'Arlanza change brusquement de direction et coule du NE vers le SO jusqu'à se jeter dans le Pisuerga en traversant les matériaux tertiaires du bassin du Duero. C'est le secteur « **Confluence avec l'Arlanzón-embouchure dans le Pisuerga** ».

Dans le cadre de cette thèse, la zone étudiée correspond au secteur « Covarrubias-confluence avec l'Arlanzón ».

2.1. Secteur « Covarrubias-confluence avec l'Arlanzón »

Le secteur « Covarrubias-confluence avec l'Arlanzón » est la partie de la vallée de l'Arlanza située entre le village de Covarrubias à l'est et près du village de Torquemada à l'ouest. Il s'agit d'une vallée asymétrique avec une séquence de nappes bien développée sur la rive droite et une rive gauche encaissée directement dans la surface d'érosion (SE2).

D'après Benito-Calvo (2004), le système fluvial de cette vallée est organisé en une séquence de seize nappes fluviales, T1_{AZA} (+121-130 m) à T16_{AZA} (+2-3 m) et de la plaine alluviale, T17_{AZA} (+0,5-1 m) (Tableau 1.2). Ces nappes sont composées de barres de graves quartzitiques et, dans une moindre mesure, de graves de quartz intercalés avec des niveaux sableux et avec quelques lits limono-argileux. En général, ces nappes sont partiellement fossilisées par des dépôts de cônes de déjection composés par de sédiments carbonatés et siliciclastiques.

Vallée de l'Arlanza		
Nappe alluviale		Altitude relative (m)
Plaine alluviale	T17 _{AZA}	+ 0,5 - 1
	T16 _{AZA}	+ 2 - 3
	T15 _{AZA}	+ 4 - 6
	T14 _{AZA}	+ 8 - 11
	T13 _{AZA}	+ 12 - 17
	T12 _{AZA}	+ 20 - 23
	T11 _{AZA}	+ 30
	T10 _{AZA}	+ 33 - 36
	T9 _{AZA}	+ 38 - 42
	T8 _{AZA}	+ 45 - 46
	T7 _{AZA}	+ 49 - 57
	T6 _{AZA}	+ 64 - 67
	T5 _{AZA}	+ 73 - 79
	T4 _{AZA}	+ 83 - 87
	T3 _{AZA}	+ 94 - 106
	T2 _{AZA}	+ 107 - 114
	T1 _{AZA}	+ 121-130

Tableau 1.2. Séquence des nappes fluviales de la vallée de l'Arlanza d'après (Benito-Calvo, 2004).

Les niveaux sableux des nappes T5_{AZA} (+73-79 m) et T6_{AZA} (+64-67 m) ont fait l’objet d’une étude paléomagnétique qui a livré une polarité positive pour ces deux nappes (J.M. Parés dans (Benito-Calvo et al., 2008)). Par ailleurs, les nappes inférieures ont été datées par thermoluminescence livrant un âge de 115 ± 12 ka pour la nappe T13_{AZA} (+12-17 m) (Benito-Calvo et al., 2008).

3. La vallée du Pico

Le Pico prend sa source dans la Sierra d’Atapuerca et se jette actuellement, dans l’Arlanzón à l’entrée de Burgos grâce à une canalisation de la rivière. Préalablement, le Pico se jetait dans le Vena au niveau de la ville de Burgos.

La partie supérieure de la vallée du Pico, nommée *Vallée de la Hoyada*, divise la Sierra d’Atapuerca en deux secteurs, Matagrande au nord et San Vicente au sud (Fig. 1.4), et coule vers l’ouest en creusant une étroite vallée délimitée par les nappes intermédiaires et supérieures de la vallée de l’Arlanzón en rive gauche et par un plan structural en rive droite. Dans sa partie inférieure, le Pico coule dans la vallée de l’Arlanzón sur la nappe T14_{AZN} (+2-3 m) et est encaissé dans les nappes T12_{AZN} (+8-10 m) et T11_{AZN} (+12-13 m) (Benito-Calvo, 2004).

Le bassin hydrographique du Pico, durant son évolution quaternaire, a érodé la séquence carbonatée du Crétacé supérieur, les sédiments continentaux tertiaires et les matériaux quaternaires des nappes de l’Arlanzón.

Ce parcours a généré une séquence de trois nappes fluviales (T1_{PICO} (+8-20 m) à T3_{PICO} (+2-7 m)) et la plaine alluviale, T4_{PICO} (+0,5-1 m). Ces nappes sont caractérisées par des dépôts de graves calcaires crétacés sous-angleuses et localement cimentés intercalés avec des niveaux sableux et quelques lits marneux.

Vallée du Pico	
Nappe alluviale	Altitude relative (m)
Plaine alluviale	+0,5 - 1
T3 _{PICO}	+ 2 - 7
T2 _{PICO}	+ 3 - 14
T1 _{PICO}	+ 8 - 20

Tableau 1.3. Séquence des nappes fluviales de la vallée du Pico d’après (Benito-Calvo, 2004).

4. Synthèse régionale des systèmes de nappes fluviales

À partir de l’analyse de plusieurs vallées de la région NE du bassin du Duero, (Benito-Calvo, 2004) établit une séquence d’incision régionale marqué par seize nappes fluviales fossiles et par la plaine alluviale (Tableau 1.4). La séquence présente sa meilleure représentation dans les vallées de l’Arlanzza et l’Arlanzón où, hormis les deux nappes supérieures (T1 (+121-130 m) et T2 (+107-114 m)) qui n’ont pas été repérées dans la vallée de l’Arlanzón, les nappes se trouvent dans les deux vallées à des altitudes relatives similaires. Dans les secteurs étudiés, où la rivière coule E-O, les deux rivières migrent latéralement vers la rive gauche ce qui a entraîné une meilleure conservation de la séquence de la rive droite et la formation de falaises abruptes en la rive gauche. La plaine alluviale présente un faible développement et le lit de la rivière s’encaisse, parfois, directement dans les nappes inférieures (T15 (+2-3 m) ou T16 (+4-6 m)).

Une chronologie fondée sur des données paléomagnétiques, des datations radiométriques par thermoluminescence et des interprétations chronologiques issues de la reconstitution des reliefs a été proposé par Benito-Calvo (2004) pour cette séquence. Cette chronologie a permit de corréler les nappes supérieures de l’Arlanzón avec les sédiments des sites archéopaléontologiques de la Sierra d’Atapuerca (Tableau 1.4).

			Séquence générale			Vallées étudiées dans ce travail						
			Nappe alluviale	Altitude relative (m)	Vallée de l'Arlanza	Vallée de l'Arlanzón		Vallée du Pico				
QUATÉNAIRE	Holocène		0,011 Ma	Plaine alluviale	T18	+ 0,2	T17 _{AZA}	+ 0,5 - 1 m	T16 _{AZN}	+ 0,2	T4 _{PICO}	+ 0,5 - 1
	Pléistocène	Sup			T17	+ 1			T15 _{AZN}	+ 1		
			Moyen	T16	+2 - 3	T16 _{AZA}	+ 2 - 3	T14 _{AZN}	+ 2 - 3			
		T15		+4 - 6	T15 _{AZA}	+ 4 - 6	T13 _{AZN}	+ 4 - 6				
		0,126 Ma		T14	+8 - 10	T14 _{AZA}	+ 8 - 11	T12 _{AZN}	+ 8 - 10			
				T13	+12 - 13	T13 _{AZA}	+ 12 - 17	T11 _{AZN}	+ 12 - 13			
				T12	+13 - 23	T12 _{AZA}	+ 20 - 23	T10 _{AZN}	+ 13 - 20			
				T11	+19 - 30	T11 _{AZA}	+ 30	T9 _{AZN}	+ 19 - 30			
				T10	+26 - 35	T10 _{AZA}	+ 33 - 36	T8 _{AZN}	+ 26 - 35			
				T9	+38 - 42	T9 _{AZA}	+ 38 - 42	T7 _{AZN}	+ 38 - 42			
				T8	+44 - 46	T8 _{AZA}	+ 45 - 46	T6 _{AZN}	+ 44 - 46			
				T7	+49 - 57	T7 _{AZA}	+ 49 - 57	T5 _{AZN}	+ 50 - 54			
				0,781 Ma	T6	+60 - 67	T6 _{AZA}	+ 64 - 67	T4 _{AZN}	+ 60 - 67		
					T5	+70 - 78	T5 _{AZA}	+ 73 - 79	T3 _{AZN}	+ 70 - 78		
		T4			+84 - 88	T4 _{AZA}	+ 83 - 87	T2 _{AZN}	+ 84 - 88			
		T3			+92 - 97	T3 _{AZA}	+ 94 - 106	T1 _{AZN}	+ 92 - 97			
		2,58 Ma	T2	+107 -114	T2 _{AZA}	+ 107 -114						
			T1	+121-130	T1 _{AZA}	+ 121-130						

Tableau 1.4. Séquence d’incision générale de la région NE du bassin du Duero et sa position chronologique par rapport aux données paléomagnétiques et de corrélation régionale. D’après (Benito-Calvo, 2004).

Toutes les mesures paléomagnétiques réalisées par J.M. Parés (Benito-Calvo et al., 2008) sur les nappes T5_{AZA} (+73-79 m) et T6_{AZA} (+64-67 m) dans la vallée de l'Arlanza et les nappes T4_{AZN} (+60-67 m) et T5_{AZN} (+50-54 m) dans la vallée de l'Arlanzón ont pour la plupart livré une polarité positive. Seul la T4_{AZN} (+60-67 m) montre une polarité négative.

D'après (Benito-Calvo, 2004), durant la mise en place des nappes supérieures de l'Arlanzón (T1 à T3), les cavités de Sima del Elefante, Gran Dolina et Galería étaient en cours de formation. Ces nappes seraient donc antérieures aux dépôts allochtones contemporains de l'ouverture des grottes de Sima del Elefante (TE9 à TE19) et Gran Dolina (TD3-4 à TD11). Cette corrélation semble ainsi indiquer que les nappes supérieures (T1_{AZN} à T3_{AZN}) de l'Arlanzón et les nappes T1_{AZA} jusqu'à la nappe T5_{AZA} de l'Arlanza se seraient mise en place pendant le Pléistocène inférieur. Le paléomagnétisme indique une polarité positive pour la nappe T5_{AZA} ce qui a été interprété comme la période normale Jaramillo (0,99-1,07 Ma).

Par ailleurs, la formation de la nappe T6 (+60-67 m) de la séquence régionale aurait eu lieu après l'ouverture des cavités ce qui, avec les données paléomagnétiques obtenus pour ce niveau (polarité positive pour les dépôts du sommet de la nappe T6_{AZA} (+64-67 m) et polarité négative pour les dépôts de la base de la nappe T4_{AZA} (+60-67 m)), semble indiquer que la nappe T6 pourrait correspondre avec la limite Matuyama-Brunhes (0,780 ka) (Benito-Calvo, 2004). À partir de la nappe T6 la séquence régionale correspondrait donc au Pléistocène moyen jusqu'à la nappe T13 si nous prenons en compte l'âge de 115 ± 11 ka obtenu par thermoluminescence dans la nappe T13_{AZA} (+12-17 m) (Benito-Calvo et al., 2008). Le Pléistocène supérieur englobe les nappes T13 à T15 et, enfin, l'Holocène commencerait dans la nappe T16.

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Partie II : DATATIONS

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

CHAPITRE 4

La Résonance de Spin Electronique (ESR)

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Découvert par Zavoisky en 1945, la résonance de spin électronique (ESR) est une méthode d'analyse non destructive de la structure de la matière qui mesure l'absorption d'une micro-onde par une substance paramagnétique placée dans un champ magnétique externe (Zavoisky, 1945).

Elle fut utilisé pour la première fois en géochronologie par Zeller, Levy et Mattern en 1967 sur des cristaux d'apatite (Zeller et al., 1967) mais ce n'est qu'en 1975, avec la datation de calcites de grottes effectuée par Ikeya que l'ESR devient clairement une méthode de datation (Ikeya, 1975). Depuis, elle a été développée par de nombreux laboratoires qui ont cherché à l'appliquer sur des échantillons de nature différente tels que l'apatite des dents (Falguères et al., 1997; Grün & McDermott, 1994; Grün et al., 1988; Schwarcz, 1985; Falguères et al., 2010) et des ossements fossiles (Ikeya, 1978; Yokoyama et al., 1982; Yokoyama et al., 1981), les carbonates continentaux et marins (Bahain et al., 1994; Grün, 1989; Ikeya, 1978; Pirouelle et al., 2007), le quartz (Grün, 1989; Yokoyama et al., 1985) (Voinchet et al., 2003; Voinchet et al., 2007) et des évaporites (Aydas et al., 2011; Ikeda and Ikeya, 1992).

1. Principe physique de l'ESR

Un électron peut être assimilé à une particule chargée négativement qui tourne sur elle-même. Ce mouvement est appelé « spin » et induit, à cause de la charge, la création d'un moment magnétique « μ_e » dont l'orientation sera inverse au sens de rotation. Les atomes, les ions et les molécules dont les électrons de spin opposé s'associent en paires présentent un moment magnétique global nul et ils sont « **diamagnétiques** ». Cependant, si l'élément comporte des électrons non appariés, leur moment magnétique global est non nul et il est dit « **paramagnétique** ».

1.1. Effet Zeeman

Si un échantillon paramagnétique est placé dans un champ magnétique externe (H), le moment magnétique « μ_e » des électrons non appariés peut prendre deux directions: soit parallèle au champ, dans un niveau de basse énergie (E_1 ; *état fondamental*), soit antiparallèle au champ, dans un niveau de haute énergie (E_2 ; *état excité*). Ce phénomène est appelé **effet Zeeman** (Fig. 2.1.). La valeur de ces deux niveaux d'énergie dépend du champ magnétique externe appliqué (en Tesla, T) et du moment magnétique de l'électron ($\mu_e = g\beta S$). Leur différence d'énergie (en Joules, J) peut s'exprimer de la façon suivante :

$$\Delta E_z = E_2 - E_1 = g\beta H$$

avec g = facteur spectroscopique de l'électron libre, β = magnéton de Bohr ($9.2732 \times 10^{-24} \text{ J.T}^{-1}$) et H = champ magnétique externe.

La répartition des électrons non appariés entre ces deux niveaux d'énergie est régie par la loi de distribution de Boltzmann :

$$\frac{N_1}{N_2} = e^{\left(\frac{\Delta E}{kT}\right)}$$

avec N_1 = nombre d'électrons non appariés dans le niveau d'énergie E_1 , N_2 = nombre d'électrons non appariés dans le niveau d'énergie E_2 , k = constante de Boltzmann ($1.3825 \times 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$) et T = température en degré Kelvin.

Cette loi, basée sur un équilibre thermodynamique, dit que dans des conditions normales de mesure la répartition des électrons non appariés dans les niveaux d'énergie Zeeman est légèrement plus grande dans le niveau E_1 que dans le niveau E_2 .

1.2. Condition de résonance magnétique

Lorsqu'une micro-onde est appliquée perpendiculairement au champ magnétique (H), des transitions entre les deux niveaux d'énergie vont se produire. Le passage peut se faire dans le sens $E_1 \rightarrow E_2$ avec absorption ou dans le sens $E_2 \rightarrow E_1$ avec émission d'une onde de fréquence ν .

Ce phénomène, appelé *résonance magnétique*, se produit quand la différence d'énergie entre les deux niveaux Zeeman est égale à la valeur de l'énergie de la micro-onde ($h\nu$) (Fig. 2.1.):

$$\Delta E = g\beta H = h\nu$$

avec h = constante de Planck ($6.625 \times 10^{-34} \text{ J.s}$) et ν = fréquence de la micro-onde (Hz).

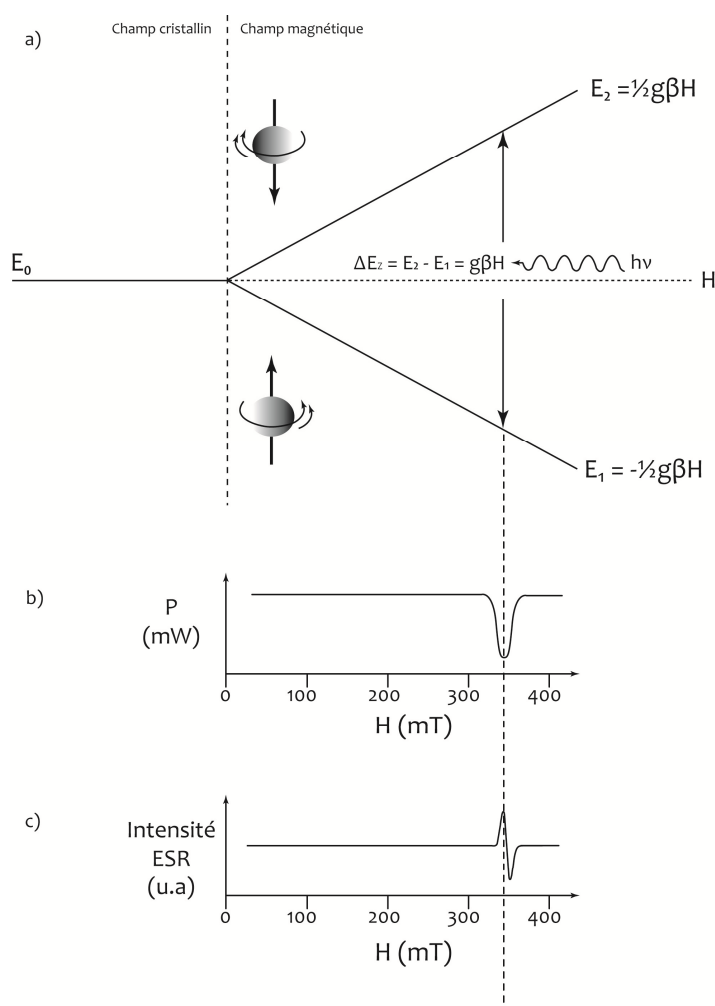


Figure. 2.1. Effet Zeeman et résonance de spin électronique

- a) Niveaux d'énergie de spins électroniques en fonction du champ magnétique externe (H)
- b) Affaiblissement de la puissance de la micro-onde appliquée au moment de la résonance
- c) Signal ESR, dérivée première du signal d'absorption

Lors de la résonance, les probabilités d'absorption et d'émission spontanées sont égales mais, étant donné que la population N_1 est légèrement plus grande que la population N_2 , le phénomène d'absorption est plus important que celui d'émission. Il est donc possible d'observer un signal lié à cette absorption.

1.2.1. Relaxation – Saturation

Les électrons du niveau E_1 passent au niveau E_2 durant le phénomène d'absorption. Ce passage est continu puisque les électrons passés au niveau E_2 peuvent retourner à l'état stable E_1 en émettant de l'énergie jusqu'à rétablir la loi de Boltzmann. L'égalité entre les deux niveaux ne peut donc pas être atteinte. Il s'agit du phénomène de *relaxation*.

Si la puissance de la micro-onde est trop élevée ou si le temps de relaxation est trop long, la probabilité de transition d' E_1 vers E_2 devient plus élevée que celle de relaxation. Il en résulte que les deux populations s'équilibrent et le signal n'augmente plus avec la puissance. On parle de *saturation micro-onde*.

2. Spectrométrie ESR

La spectrométrie ESR permet de détecter l'affaiblissement de la micro-onde résultant de l'absorption et ainsi d'enregistrer le signal ESR de l'échantillon étudié qui correspond à la première dérivée du signal d'absorption (Fig. 2.1.). Pour observer ce signal, il faut obtenir la condition de résonance soit en faisant varier la fréquence de la micro-onde soit en faisant varier l'intensité du champ magnétique. Comme il est techniquement plus simple de faire varier le champ, on opère avec une fréquence fixe et un champ variable. La valeur du champ magnétique utilisée dépend de la bande de fréquence choisie. En spectrométrie ESR, il existe plusieurs bandes de fréquence possible. Dans ce travail, nous utilisons la bande X à une fréquence de 9,75 GHz et un champ magnétique moyen de 0,348 T.

2.1. Spectromètre ESR

Un spectromètre ESR est composé de trois éléments principaux (Fig. 2.2.): un **générateur de micro-ondes** (klystron) de fréquence fixe, un **électro-aimant** qui délivre un champ magnétique homogène et un **système de détection** capable d'enregistrer les variations de l'intensité de la micro-onde. Enfin, un dispositif de refroidissement de la cavité formé d'un circuit d'azote liquide contenu dans un dewar est utilisé lors des mesures à basse température.

Lors d'une mesure, la micro-onde émise par le générateur traverse l'échantillon qui est placé dans une cavité de résonance entre les deux bobines de l'électro-aimant. Pendant le phénomène de résonance, une partie de l'énergie de la micro-onde traversant la cavité est absorbée par l'échantillon, phénomène qui est enregistré par le détecteur placé à l'opposé du klystron sous forme d'un signal d'absorption.

2.2. Spectre ESR

Le signal d'absorption doit être amplifié pour être observable. De façon à amplifier ce signal et à éliminer les perturbations, un champ magnétique oscillant de faible intensité (H_m) généré par les bobines de Helmholtz est superposé au champ magnétique externe (H). Ce champ induit une modulation du signal d'absorption et c'est donc ce signal modulé qui est enregistré en

tant que signal ESR. Il correspond à la dérivée première du signal d'absorption et son intensité est proportionnelle au nombre d'électrons non appariés présents dans l'échantillon.

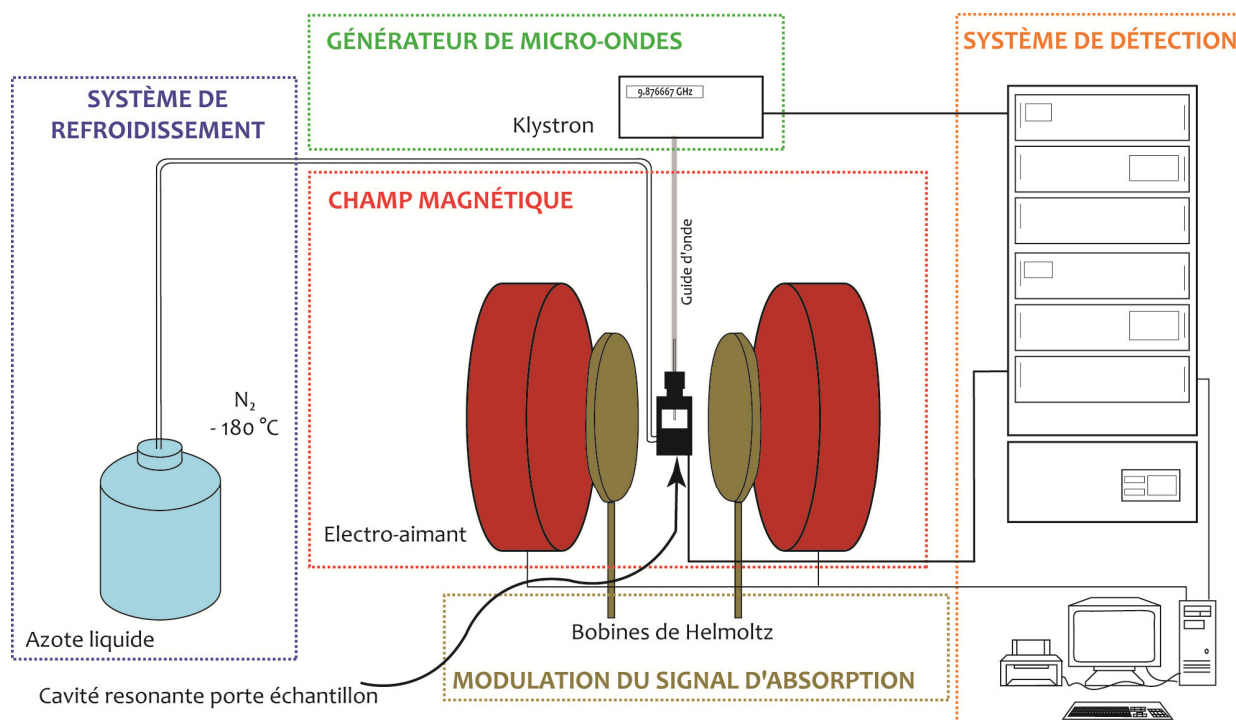


Figure. 2.2. Schéma d'un spectromètre ESR (d'après (Voinchet, 2002))

2.2.1. Facteur « g »

Le facteur spectrométrique « g » est un paramètre important du signal ESR qui détermine la position des pics du spectre ESR. Dans le cas d'un électron libre, $g = 2.0023$, mais la valeur de « g » dépend également du moment orbital créé par le mouvement de l'électron non apparié autour du noyau et de son interaction avec le moment magnétique de spin. Il s'agit du *couplage spin-orbite*.

Cette valeur peut être calculée à partir de la formule suivante :

$$g = \frac{h\nu}{\mu_e \beta}$$

2.2.2. Anisotropie du facteur « g »

Le champ électrostatique (champ cristallin) créé par le réseau cristallin auquel l'ion paramagnétique appartient s'additionne au champ magnétique externe lorsqu'une mesure est effectuée. La perturbation qu'il induit est directement liée à la position de l'ion paramagnétique. Dans un site de symétrie cubique, cette perturbation sera identique suivant les trois axes et le spectre ESR de l'ion paramagnétique sera donc caractérisé par une raie unique à facteur « g »

constant : on dit alors que le signal est *isotrope*. Cependant, si l'ion paramagnétique est placé dans un site à symétrie non cubique, la perturbation dépendra de l'orientation du site par rapport au champ magnétique appliqué et la valeur de « g » prendra alors des valeurs différentes suivant le nombre d'axes de symétrie du site. Dans ce schéma, le signal sera alors dit *anisotrope*.

Lors de la mesure d'un échantillon en poudre dans laquelle les microcristaux sont tous orientés aléatoirement, toutes les orientations possibles sont statistiquement représentées à parts égales, le spectre ESR obtenu donnera la superposition de tous les signaux des différents « g ». On observe ainsi une seule raie d'absorption dans le cas d'un cristal à symétrie cubique, deux raies pour un cristal à symétrie axiale (g_{\parallel} et g_{\perp}) et trois raies pour un cristal à symétrie rhomboédrique (g_x , g_y et g_z) (Fig. 2.3.).

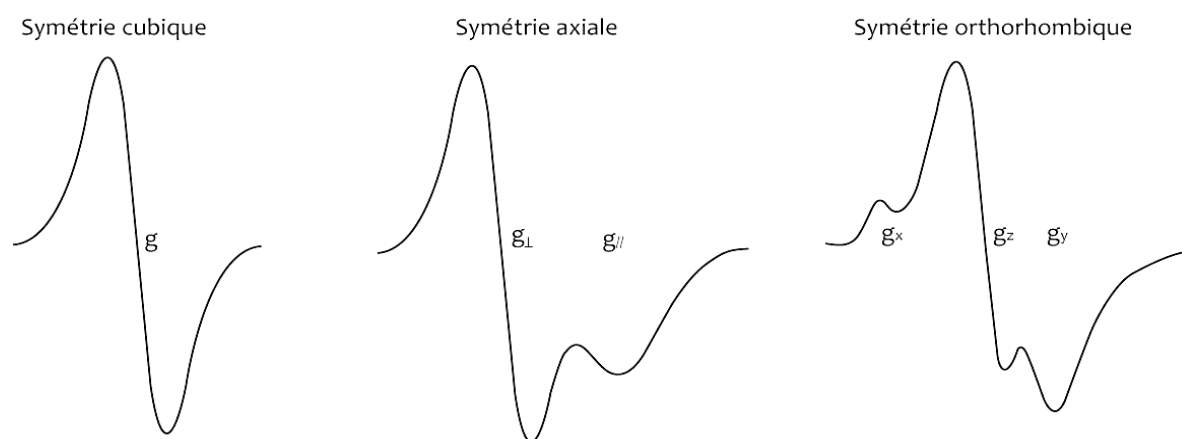


Figure. 2.3. Effet de l'anisotropie sur un spectre de poudre (Grün, 1989)

2.2.3. Structures fine, hyperfine et superhyperfine

Lorsqu'un ion paramagnétique possède plusieurs électrons non appariés et se trouve dans un site non cubique, il peut avoir des recouvrements électroniques ce qui entraîne l'apparition de plusieurs niveaux d'énergie. L'application d'un champ externe à un tel ion provoque l'apparition d'une structure complexe appelée « structure fine ».

L'interaction entre le moment magnétique nucléaire du noyau de l'ion paramagnétique et le moment de spin électronique induit l'apparition d'une structure particulière de la courbe d'absorption appelée « structure hyperfine ».

Enfin, les électrons célibataires de l'ion paramagnétique peuvent également être en interaction non pas avec son propre noyau mais avec des noyaux plus lointains. Si l'un ou plusieurs de ces derniers possèdent un spin nucléaire non nul on obtiendra une « structure superhyperfine ».

CHAPITRE 5

La datation par ESR de quartz sédimentaire optiquement blanchi (ESR - OB)

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Les éléments paramagnétiques sont très minoritairement représentés dans la nature par rapport aux éléments diamagnétiques mais, la radioactivité naturelle peut ioniser certaines molécules pour les faire devenir paramagnétiques. Ce paramagnétisme est détectable et quantifiable par résonance de spin électronique (ESR).

La datation par ESR est une méthode paléodosimétrique, c'est-à-dire que, ce n'est pas le phénomène de radioactivité qui est mesuré mais ses effets sur la matière, ici, la création de centres paramagnétiques. L'âge de l'échantillon est lié à la dose de rayonnements qu'il a absorbée au cours de son histoire sous l'effet de la radioactivité naturelle. L'ESR ainsi que toutes les méthodes fondées sur le phénomène de la luminescence font partie de cet ensemble de méthodes qui reposent sur les dommages causés par la radioactivité dans les systèmes cristallins.

Le quartz est un minéral présent dans de nombreuses formations géologiques (roches, sédiments...) et il est particulièrement abondant dans les formations sédimentaires fluviales. La datation de quartz par ESR est proposée au début des années 1970 (McMorris, 1971) mais les premières datations de quartz sédimentaire ont été effectuées par (Yokoyama et al., 1985) sur les

sites de la Caune de l'Arago (Tautavel) et Terra Amata (Nice) dans le sud de la France. Depuis, plusieurs thèses ont été consacrées en partie ou totalement au quartz (Falguères, 1986 ; Laurent, 1993 ; Voinchet, 2002 ; Pirouelle, 2006 ; Duval, 2008) au sein du laboratoire de géochronologie du département de Préhistoire du MNHN. Ces travaux ont permis de démontrer l'intérêt, le potentiel et l'applicabilité de la méthode pour dater des périodes anciennes (Plio-Pléistocène), en particulier en contexte fluvial. Ainsi, un véritable cadre chronostratigraphique de différentes vallées de la moitié nord de la France a été établi par cette méthode appliquée aux quartz sédimentaires optiquement blanchis (Despriée et al., 2003 ; Despriée et al., 2006 ; Bahain et al., 2007 ; Voinchet et al., 2010).

1. Principe de la méthode - paléodosimétrie

Un minéral présent dans un sédiment est constamment soumis aux radiations émises par les radioéléments contenus dans l'échantillon et dans son environnement. Ces radioéléments sont principalement les isotopes des familles de l'uranium (U), du thorium (Th) et leurs descendants, et le potassium (K) dont la désintégration spontanée produit l'émission de rayonnements ionisants alpha (α), bêta (β) et gamma (γ). Ces rayonnements ionisent les atomes des minéraux, c'est-à-dire qu'ils brisent les paires d'électrons créant ainsi des électrons non appariés. En physique du solide, la « *théorie des bandes* » permet de modéliser les niveaux d'énergie que peuvent prendre ces électrons à l'intérieur d'un solide. Ceux-ci peuvent avoir n'importe quelle valeur à l'intérieur de certaines bandes d'énergie permises (bande de valence et bande de conduction), mais ils peuvent également transiter par des bandes interdites qui séparent les bandes autorisées.

L'apport d'énergie fourni par les rayonnements ionisants peut provoquer un transfert d'électrons non appariés depuis la bande de valence (état fondamental) vers la bande de conduction (état excité), créant simultanément un « trou » chargé positivement dans la bande de valence. Après un temps très court de diffusion, la plupart des électrons se recombinent avec les trous et forment à nouveau des paires électroniques magnétiquement neutres. Cependant, la présence de défauts de différents types (vacances, ions interstitiels, impuretés, dislocations...) dans le système cristallin des minéraux entraîne l'apparition à l'intérieur de la bande interdite de niveaux d'énergie supplémentaires où les électrons et les trous peuvent être piégés (Fig.2.4) (Ikeya, 1993) Les électrons et trous piégés ne pourront alors pas être libérés sans apport d'énergie : c'est l'énergie d'activation (E_a). La valeur de celle-ci est souvent assimilée à la « profondeur du piège » et est proportionnelle à la durée de vie du piège considéré. Plus l'énergie d'activation d'un piège est forte (ou plus un piège est profond), plus sa durée de vie est longue.

La plupart des pièges sont peu profonds et se vident quasi spontanément à température ambiante. Par contre, la durée de vie des pièges les plus profonds peut dépasser le million d'années, permettant ainsi leur utilisation pour la datation. On parlera alors d'une bonne stabilité thermique. Ces pièges, caractérisés par un signal ESR, sont appelés « **centres paramagnétiques** ».

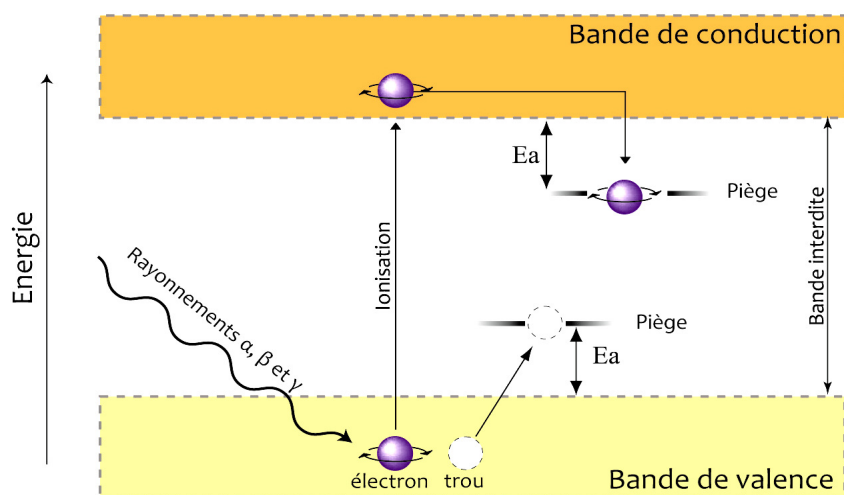


Figure. 2.4. Théorie des bandes énergétiques : principe de formation de centres paramagnétiques sous l'action des rayonnements ionisants

L'intensité de ce signal est directement proportionnelle au nombre d'électrons piégés dans la structure cristalline. Cette quantité d'électrons dépend de l'intensité de la radioactivité à laquelle l'échantillon a été soumis, du nombre de pièges disponibles dans la structure (radiosensibilité) et de la durée de l'exposition aux rayonnements (âge) (Grün, 1997).

La méthode de datation par spectrométrie ESR est donc basée sur l'accumulation au cours du temps d'électrons dans les centres paramagnétiques formés par la radioactivité naturelle et présents dans la structure cristalline des matériaux.

1.1. Le centre Aluminium (Al)

Deux types de centres paramagnétiques qui présentent une bonne stabilité dans le temps, coexistent dans le réseau cristallin : ceux résultant d'une vacance d'atome et ceux résultant d'une substitution d'atome. Le quartz est caractérisé par la présence de plusieurs de ces centres potentiellement utiles à des fins géochronologiques : centre Germanium (Ge), centre Titane (Ti), centre Aluminium (Al), centre E'... (Falguères et al., 1991; Weil, 1984). Chacun d'eux présente des spécificités en termes de radiosensibilité, stabilité thermique ou de cinétique de remise à zéro, ce qui les rend plus ou moins intéressants en fonction du contexte géologique et de la période étudiée (Ikeya, 1993).

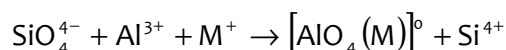
Le centre Al, issu de la substitution d'atomes de silicium par des atomes d'aluminium, est le plus largement utilisé en géochronologie (Voinchet et al., 2004) et présente plusieurs intérêts

majeurs. En premier lieu, l'aluminium est un élément particulièrement abondant dans le quartz puisque sa concentration peut y être de plusieurs milliers de ppm (Preusser et al., 2009) et le signal ESR-Al est systématiquement observé dans le quartz, ce qui n'est pas toujours le cas pour les signaux ESR associés à d'autres centres (Yokoyama et al., 1985) (Duttine et al., 2002). Par ailleurs, le centre Al ne montre pas de saturation à des doses d'irradiation très élevées (> 60 kGy, (Lin et al., 2006)) contrairement au centre Ti, par exemple, beaucoup plus radiosensible. Enfin, il possède une bonne stabilité thermique et une longue durée de vie. Le centre Al peut ainsi être utilisé pour la datation des grains de quartz déposés pendant les derniers millions d'années (Laurent et al., 1998).

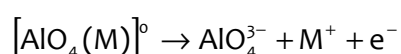
Dans ce travail, la datation des échantillons a été effectuée exclusivement à partir de l'utilisation du centre Al.

1.1.1. Formation du centre Al

Dans le quartz naturel, l'aluminium (Al^{3+}) est localisé dans le réseau cristallin en substitution d'un atome de silicium (Si^{4+}) créant ainsi un déficit local de charge positive qui est compensé par la présence d'un cation interstitiel (M^+) tels que H^+ , Li^+ ou Na^+ (Weil, 1984 ; Halliburton, 1989). Le défaut ainsi formé est diamagnétique. Si ce défaut diamagnétique subit des rayonnements ionisants, un électron sera déplacé et le centre paramagnétique sera formé.



Substitution



Formation du centre paramagnétique

1.1.2. Signal ESR du centre Al

Le centre Al présente un spectre ESR complexe qui est observé à basse température ($T < 120$ K). Celui-ci est le résultat de nombreuses interactions (Voinchet, 2002) entre l'électron non apparié et les spins nucléaires de ^{27}Al ($I=5/2$) et du ^{29}Si ($I=1/2$). L'interaction entre l'électron et le noyau de ^{17}O ($I=1/2$) produit une structure hyperfine.

Le spectre ESR du centre Al est caractérisé par 16 pics (Fig. 2.5) dont la mesure d'intensité se fait entre le sommet du premier pic ($g=2.018$) et la base du dernier pic ($g=2.002$) (Yokoyama et al., 1985 ; Toyoda & Falguères, 2003).

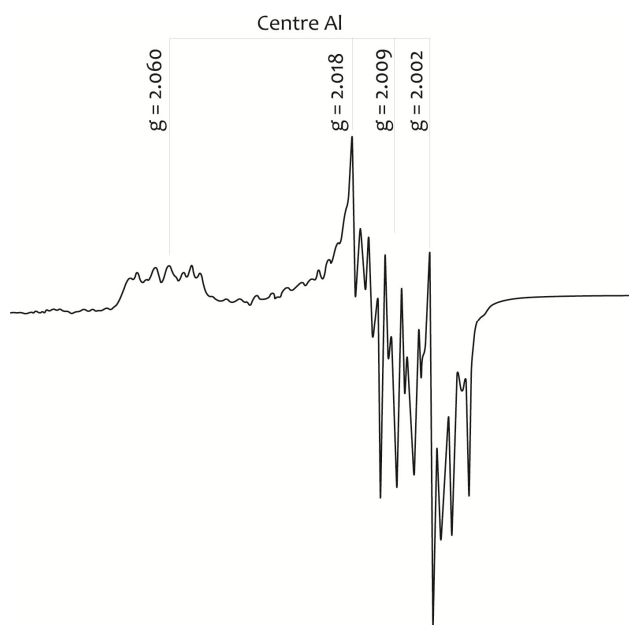


Figure. 2.5. Spectre du centre Al

1.2. Blanchiment optique

Comme pour les méthodes de la luminescence, la datation par ESR de grains de quartz extraits de sédiments n'est possible que s'il y a une remise à zéro du signal paléodosimétrique sous l'effet de la lumière solaire avant l'événement à dater. Ce phénomène est connu sous le nom de *blanchiment optique* (Yokoyama et al., 1985 ; Voinchet et al., 2003; Voinchet et al., 2007;).

En effet, les quartzs composant les sédiments proviennent de l'altération de roches anciennes, et ils contiennent donc un certain nombre d'électrons piégés pendant leur existence dans ces roches (*période géologique*). L'érosion de ces roches marque le début du voyage des grains de quartz, transportés soit par l'eau soit par le vent, jusqu'à leur dépôt. Pendant cette période, les grains de quartz sont exposés aux radiations UV de la lumière solaire et le signal ESR du centre Al diminue suivant une cinétique décrite par une double exponentielle (*blanchiment*) (Voinchet et al., 2003) jusqu'à une valeur minimale (valeur plateau). Dès lors que le quartz est de nouveau enfoui et que l'exposition à la lumière solaire cesse, les centres Al du quartz vont de nouveau se remplir d'électrons sous l'effet de la radioactivité environnante (*période « archéologique »*).

L'événement daté correspond donc au temps écoulé depuis que l'échantillon n'est plus exposé à la lumière, c'est-à-dire, depuis l'enfouissement du quartz dans la formation sédimentaire (Voinchet et al., 2004) (Fig.2.6).

Malgré un temps d'exposition très long aux radiations UV, le signal ESR du centre Al ne peut pas être complètement remis à zéro (blanchi), ce qui signifie qu'un signal ESR non nul auquel est associée une dose résiduelle, est systématiquement présent dans l'échantillon (Yokoyama et al., 1985).

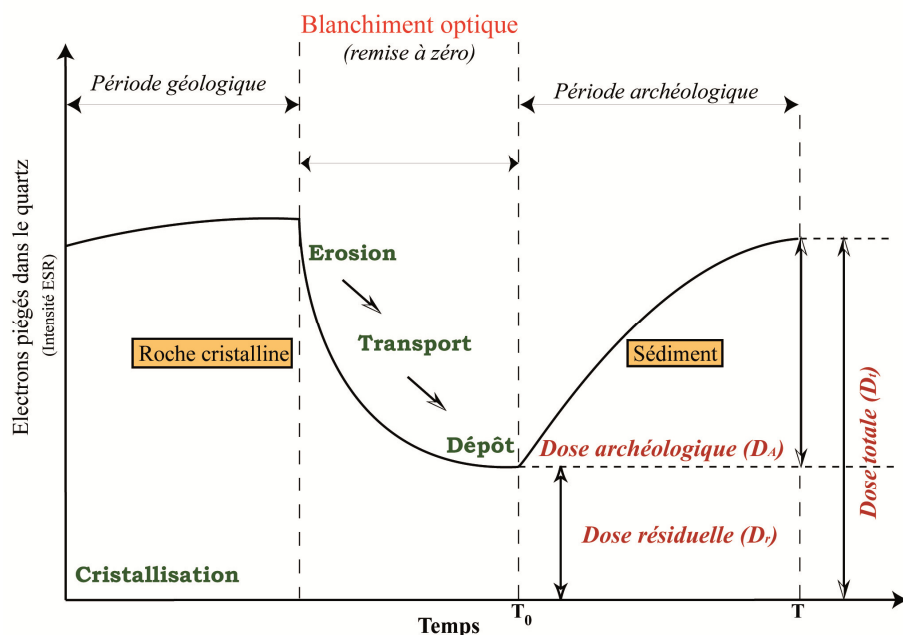


Figure. 2.6 Histoire schématique de l'évolution de l'intensité ESR du centre Al (Voinchet et al., 2004)

Cette dose résiduelle, propre à chaque quartz, doit être prise en compte lors du calcul de la dose archéologique (D_A) reçue par l'échantillon sous peine de surestimer systématiquement celle-ci. La dose résiduelle (D_r) est due à la présence de pièges Al « très profonds » dont l'énergie d'activation (E_a) est supérieure à celle fournie par les UV et dont les électrons ne peuvent pas être libérés par la lumière solaire (Voinchet, 2002). La dose archéologique (D_A) est donc la dose effectivement reçue par l'échantillon entre le moment de son enfouissement et aujourd'hui et elle correspond à la différence entre la dose totale (D_t) et la dose résiduelle (D_r) (Fig.2.6).

$$D_A = D_t - D_r$$

1.2.1. Détermination de la dose résiduelle

Dans le but de déterminer la dose résiduelle, plusieurs techniques ont été proposées depuis le travail préliminaire de (Yokoyama et al., 1985) dans lequel, les auteurs considèrent que, pour une région donnée, la dose totale obtenue à partir de la mesure d'un échantillon de sédiment « actuel » correspond à la dose résiduelle puisque celui-ci est blanchi au maximum par la lumière solaire. Il suffit donc de soustraire cette dose à la dose totale de l'échantillon à dater pour obtenir la dose équivalente. Le problème majeur de cette méthode est le choix du sédiment étalon actuel qui doit avoir les mêmes caractéristiques chimiques et physiques que l'échantillon que l'on veut dater (teneur en Al, sensibilité à l'irradiation).

Afin d'éviter ce problème Toyoda et al. (2000) et Voinchet et al. (2003) ont développé une technique consistant à blanchir artificiellement les échantillons à dater sous une lampe à ultra-

violet. D'après Voinchet et al. (2003) le signal ESR du centre Al décroît de 20 % pendant la première heure d'exposition et puis il diminue de 25% entre 1 et 400 h. La courbe de décroissance obtenue atteint une valeur plateau après 820 h d'exposition à la lumière artificielle. Cette valeur plateau (coefficient de blanchiment maximal) devra être soustraite à la dose totale pour connaître la dose archéologique. (Walther & Zilles, 1994) avaient proposé l'utilisation d'une loi exponentielle pour décrire le phénomène de décroissance du signal ESR du centre Al. À partir de tests de blanchiment, (Voinchet et al., 2003) proposent une nouvelle équation qui permet de mieux décrire le phénomène observé, c'est-à-dire, un blanchiment optique guidé par au moins deux composantes. La première de ces composantes est constituée par les pièges peu profonds pouvant être vidés facilement par la lumière solaire et la seconde est constituée par les pièges très profonds.

Selon cette équation, l'exposition à la lumière solaire du quartz sédimentaire pendant six mois avant son dépôt et son enfouissement est suffisante pour qu'elle puisse être datée par ESR. Plus récemment, une étude suggère que seulement de 2 à 3,5 mois seraient nécessaires (Tissoux et al., 2007). Dans les deux cas, ce délai semble être trop long pour que le blanchiment puisse être effectué dans des conditions normales de transport par un cours d'eau mais, à partir de l'étude des sables actuels de la vallée de la Creuse (Région Centre, France) il a été démontré que le centre Al atteignait le blanchiment maximal au bout de quelques km de transport (Voinchet et al., 2007). Cette étude valide donc l'utilisation du centre Al en datation par ESR des sédiments alluviaux pléistocènes.

2. Le calcul d'âge

Un âge ESR peut être déterminé à partir de l'expression suivante :

$$D_T = \int_0^T d_a(t) dt$$

où **D_T (Dose totale)** est la dose totale de radiation absorbée par l'échantillon (t=0) jusqu'à son prélèvement (t=T) et **d_a (Dose annuelle)** est le débit de dose naturelle absorbée par l'échantillon durant une année. Dans le cas où la dose annuelle est constante [$d_a(t) = d_a$], l'équation précédente peut être exprimée de la façon suivante T étant l'âge de l'échantillon :

$$T = \frac{D_T}{d_a}$$

Le calcul d'un âge ESR dépend donc de la détermination de deux paramètres principaux : la **dose totale** et la **dose annuelle**. Cette dernière est calculée à partir des teneurs en radionucléides

de l'échantillon, de son environnement et de sa position géographique tandis que la dose totale est déterminée à partir de l'étude de l'échantillon par spectroscopie ESR.

2.1. Détermination de la dose équivalente

La dose totale ne peut cependant pas être mesurée directement à partir des échantillons. Il faut donc déterminer une dose équivalente (D_E) à cette dose totale par une méthode analytique que nous allons détailler.

2.1.1. Méthode de l'addition

La dose équivalente d'un échantillon est déterminée en utilisant la *méthode de l'addition*. Chaque échantillon est divisé en plusieurs aliquotes qui sont irradiées artificiellement par une source γ (gamma) panoramique au ^{60}Co (Dolo et al., 1996) à de doses croissantes. Une aliquote non irradiée est conservée pour déterminer l'intensité du signal naturel et une dernière aliquote est blanchie optiquement afin de mesurer l'intensité ESR résiduelle correspondant à la composante non blanchissable de l'échantillon.

Ces différentes portions sont ensuite mesurées par spectrométrie ESR en bande X selon des conditions normalisées. La dose d'irradiation reçue par chaque aliquote correspond à une valeur spécifique de l'intensité du signal ESR, et l'évolution de ce signal en fonction des doses d'irradiation permet d'obtenir une courbe de croissance dont l'extrapolation à l'intensité zéro donne la dose équivalente (Fig. 2.7). Cette extrapolation se fait en utilisant une fonction mathématique de type exponentielle, le choix de cette fonction étant vitale sous peine de sur- ou sous-estimation de la D_E et donc de l'âge (Duval et al., 2009).

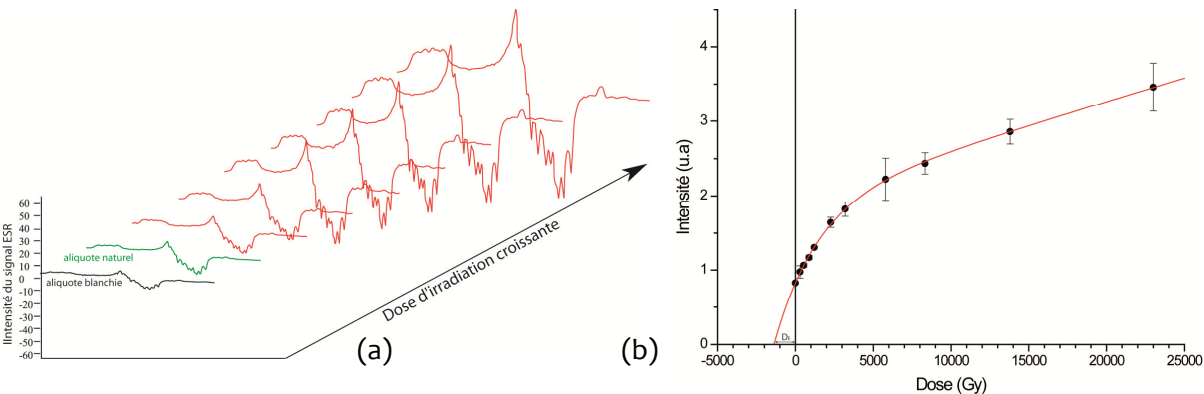


Figure. 2.7 (a) Évolution de l'intensité du signal ESR du centre Al du quartz en fonction de doses croissantes de radiations. Rouge : aliquotes irradiées ; Vert : l'aliquote naturel ; Noir : l'aliquote blanchie. (b) Courbe de croissance obtenue pour l'échantillon TD10-08-31 (Extrapolation EXP+LIN 2)

2.1.1.1. Choix de la fonction mathématique

Le choix de la fonction mathématique utilisée pour extrapoler la courbe de croissance construite à partir des points expérimentaux jusqu'à l'origine (en abscisses) est particulièrement critique puisque celle-ci a une influence directe sur la dose équivalente et donc sur l'âge. Pour que cette fonction soit valable en datation elle doit décrire de manière juste le comportement des centres Al face à l'irradiation (Duval et al., 2009).

Proposé par Apers et al. (1981) la fonction à saturation exponentielle simple (SSE) a été jusqu'à récemment la plus couramment utilisée en datation par ESR. D'après ce modèle, il n'existe qu'un seul type de piège contribuant au signal ESR qui est limité par le nombre de pièges qu'un cristal peut contenir. Ces pièges sont remplis au cours de l'irradiation en suivant une loi exponentielle de premier ordre.

Malgré les résultats obtenus par le passé qui étaient en accord avec d'autres méthodes indépendantes, un récurrent débat sur l'adéquation de cette fonction aux échantillons anciens s'est établi dans la communauté scientifique notamment sur la datation des carbonates (Grün, 1990 ; Barabas et al., 1992 ; Hoffman et al., 2003; Walther et al., 1992) et dans une moindre mesure, sur les dents (Duval et al., 2009). Tout en essayant de résoudre les problèmes repérés, plusieurs fonctions décrivant des modèles de remplissage de pièges ont été proposées. Ces fonctions sont les suivantes (Duval et al., 2009) (Table 2.1.):

- **EXP+LIN** : somme d'une fonction exponentielle et d'une autre linéaire (Berger, 1990; Grün, 1990; Walther et al., 1992). Deux cas sont possibles : Le terme linéaire représente la création de nouveaux pièges au cours de l'irradiation (EXP+LIN 1) ou il correspond au remplissage de pièges profonds saturant bien au-delà des doses artificielles apportées (EXP+LIN 2)
- **DSE** : somme de deux fonctions exponentielles de saturation simple (Grün, 1990; Hoffman et al., 2003). La deuxième exponentielle correspondant au remplissage de pièges plus profonds saturant à des doses importantes.
- **D^γ** : un exposant γ est ajouté à la fonction de saturation simple (Grün & McDonald, 1989). Ce modèle ne s'explique pas pour le moment d'une façon physique.

Modèle	Fonction	Paramètres
SSE	$I(D) = I_{sat} (1 - e^{-D_0(D+D_E)})$	I_{sat}, D_E, D_0
EXP+LIN 1	$I(D)=I_{sat}(1-e^{-D_0(D+D_E)})+BD$	I_{sat}, D_E, D_0, B
EXP+LIN 2	$I(D)=I_{sat}(1-e^{-D_0(D+D_E)})+B(D+D_E)$	I_{sat}, D_E, D_0, B
DSE	$I(D) = I_{sat} (1 - e^{-D_1(D+D_E)}) + I_{2sat} (1 - e^{-D_2(D+D_E)})$	$I_{sat}, I_{2sat}, D_E, D_1, D_2$
D ^γ	$I(D) = I_{sat} (1 - e^{-D_0(D+D_E)^\gamma})$	$I_{sat}, D_E, D_0, \gamma$

Tableau 2.1. Différents modèles appliqués sur des carbonates ou sur l’émail dentaire et leurs fonctions mathématiques associées. I et D sont respectivement les intensités ESR et les doses d’irradiation courantes. I_{sat} est l’intensité de saturation, D_0 , D_1 et D_2 sont les coefficients de sensibilité de l’échantillon et D_E est la dose équivalente. D’après (Duval et al., 2009)

En datation de quartz sédimentaire blanchi optiquement, les premières interrogations sur la limite du modèle de saturation simple (SSE) commencent à apparaître. Les recherches effectuées au sein de notre équipe sur plusieurs sites préhistoriques et géologiques en France et en Espagne (Duval et al., 2011) ont montré que ce modèle s’ajuste parfois difficilement aux points expérimentaux notamment, aux points correspondant aux faibles doses d’irradiation. Dans ce cas de figure, la courbe de croissance construite ne passe pas par le point naturel. Dans un grand nombre d’échantillons, la croissance du signal, après la première saturation, est continue et ne montre pas de saturation apparente.

C’est pourquoi dans le cadre de mon étude la fonction EXP+LIN 2 a été systématiquement utilisée.

2.1.2. Irradiation en masse

La détermination de la dose équivalente repose sur la méthode de l’addition (section 2.1.1), c’est-à-dire, par vieillissement artificiel de plusieurs aliquotes d’un échantillon à partir d’une irradiation en laboratoire à différentes doses. Le contrôle des doses reçues par les différentes aliquotes lors de l’irradiation en masse est indispensable pour construire au mieux la courbe de croissance et donc procéder à une bonne détermination de la D_E .

Au sein du laboratoire de géochronologie du Département de Préhistoire du Muséum National d’Histoire Naturelle (MNHN) de Paris, la procédure d’irradiation utilisée en routine pour les échantillons de quartz sédimentaire consiste en une irradiation en masse à partir d’une source panoramique plutôt qu’en une irradiation ponctuelle de chaque aliquote. Cette procédure permet

d'irradier à des doses très importantes un nombre élevé d'échantillons en même temps. Cependant, malgré un premier contrôle dosimétrique réalisé par l'organisme sollicité, les irradiations en masse réalisés par le passé (Voinchet, 2002 ; Duval, 2008) ont parfois révélé une différence entre la dose officielle, annoncée par le procès-verbal d'irradiation délivré par l'organisme sollicité et la dose effectivement reçue. Cela provient essentiellement du fait que pour une dose donnée, chaque échantillon n'est pas exactement positionné à la même distance de la source, et que la dose effectivement reçue peut varier de quelques pourcents.

Afin de contrôler l'écart entre les doses demandées et celles vraiment reçues par l'échantillon, une dosimétrie plus fine est réalisée à l'aide de dosimètres de L- α -Alanine sous forme de poudre de fraction granulométrique 100-200 μm . Lorsqu'elle est irradiée, l'alanine forme un radical libre très stable qui produit un signal ESR proportionnel à la dose totale reçue. Ce dosimètre présente plusieurs caractéristiques intéressantes comme la reproductibilité de sa mesure, son dépouillement non destructif ou sa large gamme de mesure de dose (Kuntz et al., 1998; Regulla & Deffner, 1982). La dosimétrie d'alanine est aussi caractérisée par une très grande précision et une faible incertitude et elle sert couramment de référence pour la mesure à fortes doses (100 – 100000 Gy) (Dolo et al., 2008).

2.1.2.1. Dispositif d'irradiation

Chaque échantillon a été divisé en douze aliquotes dont dix ont été irradiés au centre de Saclay du Commissariat à l'Energie Atomique (CEA) par une source panoramique de ^{60}Co émettant des rayonnements γ (irradiateur POSEIDON). Les doses d'irradiation sollicitées ont été les suivantes: 400, 630, 1000, 1600, 2500, 4000, 6300, 10000, 16000 et 25000 Gy.

Les supports des échantillons utilisés lors de l'irradiation en masse sont des plaques d'aluminium, chaque plaque étant soumise à une dose d'irradiation différente. Le débit de dose est fixé en fonction de la distance entre la plaque et la source d'irradiation (Dolo et al., 1996). Six boîtes rectangulaires en polystyrène sont fixées sur chaque plaque d'aluminium. Chaque boîte contient les aliquotes correspondants à 24 échantillons qui ont été préalablement placés dans des piluliers en téflon, eux-mêmes placés dans des piluliers en polystyrène. Afin de contrôler les doses réellement reçues par les échantillons, 8 à 10 piluliers d'alanine sont intercalés entre les aliquotes (en fonction du nombre d'échantillons à irradier) (Duval, 2008) (Fig. 2.8).

En parallèle, une série de dix piluliers d'alanine a été irradiée aux mêmes doses que celles demandées pour l'irradiation en masse afin de servir de série de référence et permettre d'établir la courbe d'étalonnage. À partir de cette série de référence, irradiée par T. Garcia au Laboratoire National Henri Becquerel (LNHB) sur un irradiateur calibré (IBL 460 – source ponctuelle), il

devient possible de déterminer la dose réellement reçue par chacun des piluliers d’alanine placés dans les plaques d’aluminium de l’irradiation en masse et puis, par interpolation, la dose de chaque échantillon de quartz.

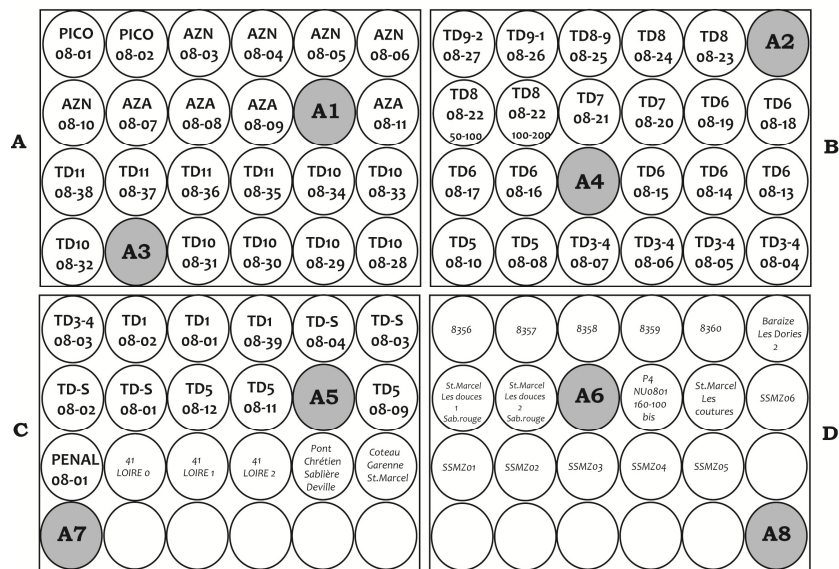


Figure 2.8. Schéma de l’une des dix plaques de l’irradiation en masse réalisée en octobre 2008. La répartition des piluliers des échantillons (en blanc) et des piluliers d’alanine (en gris) est identique pour chaque plaque. **En gras**, une partie des échantillons présentés dans ce travail. Les cercles blancs sans annotation correspondent à des emplacements sans échantillon.

2.1.2.2. Mesure ESR de l’alanine

La lecture de l’alanine ainsi irradiée a été réalisée par spectrométrie ESR à l’aide d’un spectromètre ESR EMX Bruker (bande X). La série de référence est mesurée entre chaque série de piluliers d’alanine irradiés en masse, chaque série correspondant à l’ensemble de piluliers d’alanine d’une même plaque ou dose d’irradiation. Les mesures ESR ont été effectuées à température ambiante selon deux angles de 90° d’intervalle à l’aide d’un goniomètre programmable. Les paramètres d’acquisition utilisés sont résumés dans le tableau 2.2.

Le spectre ESR d’un échantillon d’alanine est constitué de 5 groupements de pics principaux qui décrivent la structure hyperfine du radical libre $\text{CH}_3\cdot\text{CHCOO}^-$ (Dolo & Moignau, 2005), l’intensité mesurée correspondant à l’amplitude du pic central (Fig.2.9).

2.1.2.3. Cartographie des doses effectives

La série de référence, irradiée à des doses connues, sert de courbe d’étalonnage. Une régression non-linéaire par une fonction polynomiale de type « $y = ax^2+bx + c$ » est réalisée sur les points de la série de référence ce qui permet de relier les intensités ESR avec la dose d’irradiation.

Champ magnétique	
Centre	3520 G
Fenêtre de balayage	300 G
Résolution	1024 points
Micro-onde	
Fréquence	9,8 GHz
Puissance	2 mW
Signal	
Fréquence de modulation	100 kHz
Amplitude de modulation	2,5 G
Temps de conversion	40,96 ms
Constante de temps	40,96 ms

Tableau 2.2. Paramètres d’acquisition ESR utilisés dans ce travail pour la mesure des dosimètres d’alanine

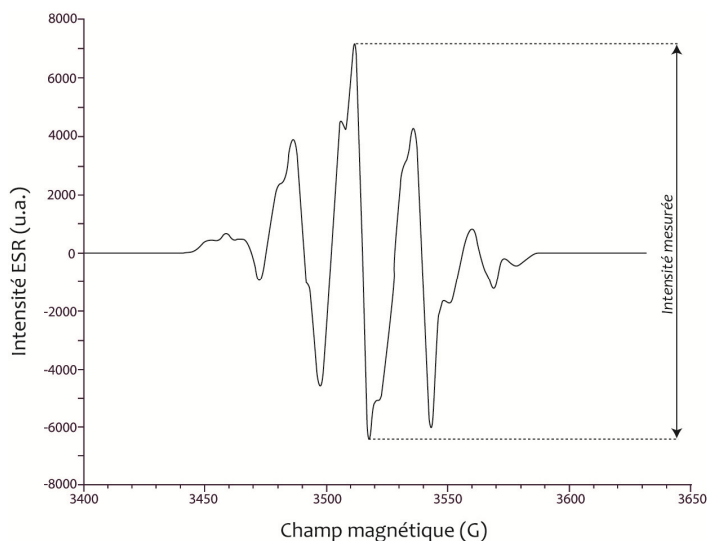


Figure. 2.9. Spectre de l’alanine d’un échantillon irradié à 25000 Gy

Cette fonction est ensuite appliquée avec les mêmes paramètres aux intensités ESR des piluliers d’alanine de l’irradiation en masse, permettant ainsi de retrouver la dose effectivement reçue par chaque dosimètre (Duval, 2008).

Les valeurs des doses calculées pour les dosimètres d’alanine d’une même plaque servent de points de repère pour la construction de cartes de contours iso-dosimétriques pour chaque plaque. L’extrapolation à partir de ces valeurs nous permet de déterminer les doses réellement reçues par les échantillons de quartz. Afin de juger la précision et la validité de la lecture des cartes, une comparaison entre les valeurs de doses calculées pour les piluliers d’alanine et celles obtenues à partir de la lecture sur la carte est effectuée. Si l’écart entre les valeurs lues et calculées est inférieur à 0,1%, les valeurs obtenus grâce à la lecture sur les cartes sont valides (Fig. 2.10 et Fig. 2.11).

2.1.2.4. Analyse des variations dosimétriques spatiales

Afin d’analyser les variations dosimétriques spatiales des cartes de contours, les écarts entre les doses demandées et les doses effectivement reçues ont été calculés. L’ensemble de données numériques obtenues pour l’irradiation réalisée en octobre 2008 est résumé dans le tableau 2.3. Les données de l’irradiation effectuée en mai 2008 sont résumées en annexe.

L’irradiation en masse réalisée en octobre 2008 présente une dispersion des doses reçues par rapport à une dose donnée assez homogène pour toutes les doses d’irradiation (entre 3,4 et

9,3 %). Cependant, l'écart entre la dose moyenne reçue et la dose demandée varie entre 7 et 21 %, seul l'écart des doses 5 et 7 étant inférieurs à 10%.

Par contre, l'irradiation en masse réalisée en mai 2008 montre une dispersion plus importante des doses reçues par rapport à la dose souhaitée (entre 3 et 18%). Les doses 1 à 5 sont globalement homogènes avec une dispersion moyenne de 4,4% mais à partir de la dose 6 cette dispersion augmente brusquement pour atteindre une valeur quatre fois plus élevée que la dose demandée. L'écart entre la dose moyenne reçue et la dose demandée est aussi élevée (entre 5 et 29%) et seul, l'écart de la dose 2 est inférieur à 10%.

Dans les deux irradiations et pour toutes les doses, la dose moyenne reçue est inférieure à la dose demandée (de - 5,2 à - 29,1 %). Ces écarts, très élevés par rapport aux doses demandées, confirment l'obligation de réaliser ce contrôle dosimétrique lors de l'irradiation afin d'estimer le plus précisément les doses réellement reçues. L'analyse des cartes de contours montre aussi que la distribution dosimétrique est très variable dans une même plaque et qu'il est donc très difficile d'établir un modèle de répartition des doses reçues. Cela signifie que les cartes de contours isodosimétriques doivent être construites pour chaque plaque d'irradiation et pour chaque irradiation (Duval, 2008).

2.2. Détermination de la dose annuelle

La dose annuelle est la dose d'irradiation reçue par l'échantillon durant une année. En fonction de l'origine des rayonnements elle peut s'exprimer de la façon suivante :

$$d_a = d_{\text{ext}} + d_{\text{int}} + d_{\text{cos}}$$

où la **dose externe** (d_{ext}) correspond à la contribution des rayonnements issus des sédiments qui entourent l'échantillon, la **dose interne** (d_{int}) à celle des rayonnements émis dans et par l'échantillon et la **dose cosmique** (d_{cos}) est due à l'intensité du rayonnement cosmique au niveau du site et dans la couche considérée. Dans le cas du quartz, la d_{int} est, en général, considérée comme négligeable, compte tenu des faibles teneurs en radioéléments mesurées dans les grains de quartz. Le calcul de dose annuelle correspond donc à la somme des doses externe et cosmique:

$$d_a = d_{\text{ext}} + d_{\text{cos}}$$

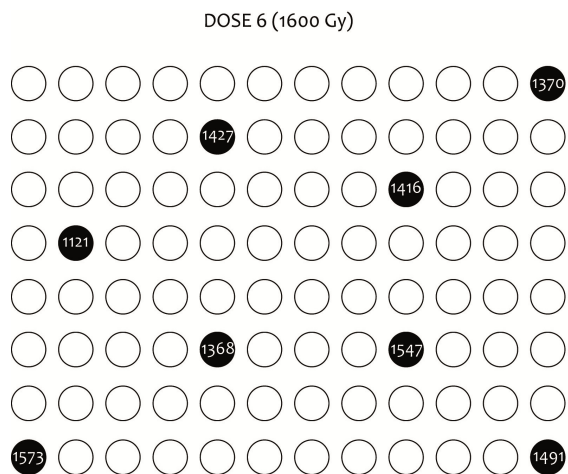


Figure. 2.10 Valeurs des doses calculées pour les dosimètres d’alanine de la dose 6 (1600 Gy)

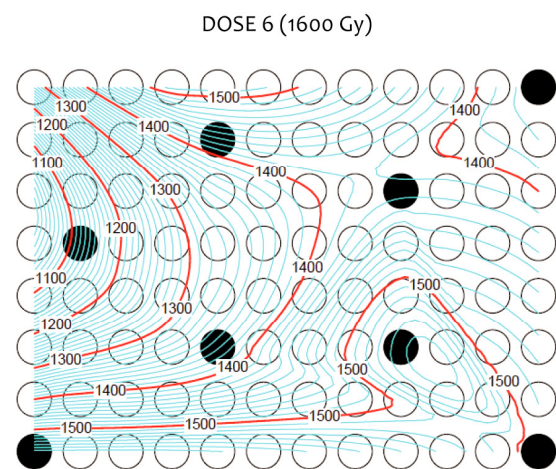


Figure. 2.11 Carte schématique de répartition dosimétrique de l’irradiation octobre 2008 pour la dose demandée de 1600 Gy. Les piluliers d’alanine sont représentés en noir et les piluliers de quartz en blanc.

	D _d (Gy)	D _{r moy} (Gy)	1σ (Gy)	1σ (%)	Δ1 (%)	D _{min} (Gy)	Δ2 (%)	D _{max} (Gy)	Δ3 (%)
1	400	324	19,1	5,9	-19,0	268	-33,0	361	-9,8
2	630	536	25,0	4,7	-14,9	476	-24,4	578	-8,3
3	1000	886	43,9	5,0	-11,4	808	-19,2	962	-3,8
4	1600	1406	122,0	8,7	-12,1	1030	-35,6	1575	-1,6
5	2500	2322	78,8	3,4	-7,1	2155	-13,8	2625	5,0
6	4000	3411	288,7	8,5	-14,7	2815	-29,6	4170	4,3
7	6300	5775	230,2	4,0	-8,3	5230	-17,0	6270	-0,5
8	10000	8812	700,6	8,0	-11,9	6770	-32,3	9800	-2,0
9	16000	12662	1110,2	8,8	-20,9	11050	-30,9	15800	-1,3
10	25000	20817	1938,3	9,3	-16,7	14400	-42,4	25250	1,0

Tableau 2.3. Données numériques illustrant l’écart entre la dose officielle et la dose réellement reçue: Écart entre la dose demandée et la dose effective. D_d = dose demandée, D_{r moy} = dose moyenne reçue, D_{min} = dose minimal relevée, D_{max} = dose maximale relevée. Δ₁ = Écart de la dose reçue par rapport à la dose officielle (Δ₁ = (D_r-D_d)*100/D_d), Δ₂ = Écart de la dose minimale par rapport à la dose officielle (Δ₂ = (D_{min}-D_d)*100/D_d) et Δ₃ = Écart de la dose maximale par rapport à la dose officielle (Δ₃ = (D_{max}-D_d)*100/D_d). (Exemple de l’irradiation d’octobre 2008)

2.2.1. Calcul de la dose externe

Dans le cas du quartz, la dose externe est déterminée à partir de la concentration et de la distribution des radioéléments dans le sédiment et dans son environnement. Ces radioéléments, présents naturellement dans les sédiments sont issus des séries de décroissance de ^{238}U et ^{232}Th et du ^{40}K et émettent trois types différents de rayonnements ionisants :

- **rayonnements α** : composés de deux protons et deux neutrons, sont très peu pénétrantes dans la matière (20 μm pour une densité de 2.5) mais sont très ionisants. Ces particules induisent toutefois moins d'électrons paramagnétiques que les rayonnements β ou γ et un facteur correcteur nommé « *efficacité α* » (k), variant selon le matériau considéré doit être appliqué à la composante α afin de déterminer la dose effective.
- **rayonnements β** : Il s'agit d'électrons très mobiles qui sont éjectés du noyau de l'atome. Ils sont plus pénétrants (2 mm) que les rayonnements α mais moins ionisants.
- **rayonnements γ** : C'est un rayonnement électromagnétique de grande énergie dû à une désexcitation de noyau. Ils sont plus pénétrants (20-30 cm) que les rayonnements précédents mais beaucoup moins ionisants

Tous ces rayonnements apportent de l'énergie au réseau cristallin des minéraux et peuvent être à l'origine de la formation d'électrons non appariés et donc de conditions paramagnétiques. La détermination de la dose reçue par l'échantillon à partir de ces trois types de particules est fondamentale dans le calcul de la dose externe. La dose annuelle exprimée précédemment :

$$d_a = d_{\text{ext}} + d_{\text{cos}}$$

peut être alors décomposée comme suit :

$$d_a = kd_{\alpha} + d_{\beta} + d_{\gamma} + d_{\text{cos}}$$

2.2.1.1. Facteurs de conversion dosimétrique

Lorsqu'un échantillon d'environ 100 g de sédiment est placé dans un spectromètre gamma à haute résolution et à bas bruit de fond, les activités des différents isotopes radioactifs présents dans l'échantillon (^{238}U , ^{226}Ra , ^{222}Rn , ^{232}Th et ^{40}K) sont mesurées. La connaissance des activités de ces radioéléments permet de calculer leurs teneurs dans le sédiment. Ces teneurs sont ensuite converties en valeurs de doses (D_{α} , D_{β} et D_{γ}) en utilisant les facteurs de conversion d'Adamiec & Aitken (1998) (Tableau 2.4.).

	U/Th				K
	Full série		Pré-Rn		⁴⁰ K
	U _{nat}	²³² Th	U _{nat}	²³² Th	
D _α	2780	732	1260	30,5	782
D _β	146	27,3	60	9,1	
D _γ	113	47,6	4,4	17,8	

Tableau 2.4 Facteurs de conversion en doses des teneurs en radioéléments des séries d'U et Th (Adamiec & Aitken, 1998) pour une concentration de 1ppm pour l'U et le Th et de 1% pour le K. U_{nat} prend en compte les isotopes ²³⁸U et ²³⁵U en fonction de leur abondance atomique naturelle (respectivement 99,28% et 0,72%). Les valeurs pré-Rn considèrent une perte de 100% de Rn.

Deux modes de calcul sont utilisables appelées méthodes « Full série » ou « Pré-Rn ». Les facteurs de conversion dits « Full série » considèrent que les éléments des chaînes de décroissance sont en équilibre, c'est-à-dire, que le débit de désintégration des éléments fils est le même que celui des éléments pères. Seule la connaissance de l'activité de l'élément père des séries de l'²³⁸U et du ²³²Th est donc nécessaire pour calculer une dose. Pour le mode « Pré-Rn » on considère que le débit de dose mesuré au moment du prélèvement prévaut pour toute la durée de l'enfouissement et on considère une perte de 100% de Rn ancien. Le choix des facteurs de conversion dépend des méthodes d'analyse disponibles et des éléments mesurés. L'hypothèse d'une série en équilibre étant la plus souvent acceptée, ce sont donc les facteurs « full série » qui sont le plus couramment utilisés.

La mesure γ effectuée en laboratoire permet de connaître précisément les activités et donc les teneurs en radioéléments (U, Th, K, Ra et Rn) du sédiment. À partir de ces teneurs il est possible de calculer leur contribution aux rayonnements α et β qui va venir affecter les grains de quartz. Il est cependant préférable de mesurer également la dose γ *in situ* à l'aide d'un spectromètre γ portable ou grâce à l'emploi des dosimètres TL. La mesure sur le terrain est plus représentative de l'environnement radioactif de l'échantillon que celle réalisée au laboratoire. Cette mesure prend en compte l'intégralité des radioéléments présents dans une sphère de 30 cm autour de l'échantillon. De ce fait, elle permet de prendre en compte toutes les possibles hétérogénéités du sédiment (concentration en ossements ou en calcaire variable, présence de gros blocs ...). Les dosimètres TL sont placés au même endroit que le prélèvement durant un an et sont constitués d'une capsule de cuivre renfermant du CaSO₄ ou de l'alumine qui enregistre la dose de rayonnements émise par le sédiment pendant cette année (Valladas, 1982). La dose γ reçue est mesurée par thermoluminescence.

2.2.1.2. Facteurs de correction dosimétrique

Lors de la détermination de la dose annuelle, plusieurs facteurs de correction dosimétrique doivent être également pris en compte afin de calculer les variations d'absorption de la radioactivité par l'échantillon.

○ Correction liée à la teneur en eau

L'eau contenue dans l'environnement atténue l'effet des rayonnements α, β et γ et diminue leur distance parcourue. Afin de déterminer les doses effectivement reçues par l'échantillon, un coefficient d'atténuation ($W_{\alpha,\beta,\gamma}$) qui varie selon le type de rayonnement, est calculé à partir de la relation suivante (Grun, 1994):

$$W_{\alpha,\beta,\gamma} = \frac{1}{\left(1 + H_{\alpha,\beta,\gamma} \cdot \frac{x}{100 - x}\right)}$$

où $H_{\alpha} = 1.49$, $H_{\beta} = 1.25$, $H_{\gamma} = 1.14$ et x = pourcentage d'eau dans le sédiment (en poids). L'application de ce coefficient d'atténuation n'est pas négligeable puisque l'absorption de la radioactivité varie de 7% pour 5% d'eau jusqu'à 40% si le sédiment contient 25% d'eau.

○ Atténuation en fonction de la taille des grains et de l'épaisseur décapée

Comme expliqué auparavant, les rayonnements α et β présentent un faible pouvoir de pénétration dans la matière ce qui rend nécessaire de prendre en compte un facteur d'atténuation en fonction de la taille des grains. En revanche, l'atténuation du rayonnement γ, pénétrant d'environ 30 cm dans la matière, est considérée comme négligeable dans les grains de quartz puisque le diamètre des grains ne dépasse pas quelques millimètres.

○ Atténuation α

Les facteurs d'atténuation α utilisés dans ce travail proviennent des travaux de (Brennan et al., 1991) pour des grains de quartz sphériques. D'après ces auteurs, pour une fraction de 100-200 μm, les atténuations peuvent varier entre ~ 0.08 et ~ 0.15 pour les séries de l'uranium et entre ~ 0.09 et ~ 0.18 pour les séries du thorium (tableau 2.5).

Tableau 2.5. Coefficient d'atténuation des particules α d'après (Brennan et al., 1991).
D : diamètre moyen des grains

Épaisseur décapée (μm)	D = 100 μm		D = 200 μm	
	U	Th	U	Th
0	0,15	0,18	0,07	0,09
10	0,07	0,10	0,04	0,04
20	0,03	0,06	0,01	0,02
30	0,01	0,03	0,01	0,01

○ Atténuation β

Les facteurs d'atténuation β utilisés dans ce travail proviennent des travaux de (Brennan, 2003) pour des grains de quartz sphériques et liés à l'épaisseur décapée et la taille des grains. D'après ces auteurs, pour une fraction de 100-200 μm , les atténuations peuvent varier entre ~ 0.85 et ~ 0.91 pour les séries de l'uranium, entre ~ 0.80 et ~ 0.87 pour les séries du thorium et entre ~ 0.93 et ~ 0.96 pour le potassium (tableau 2.6). Les facteurs d'atténuation β sont supérieurs à ceux des particules α puisque le pouvoir de pénétration des particules β est plus élevé que celui des particules α .

Tableau 2.6. Coefficient d'atténuation des particules β d'après (Brennan, 2003). D : diamètre moyen des grains

Épaisseur décapée (μm)	D = 100 μm			D = 200 μm		
	U	Th	K	U	Th	K
0	0,91	0,87	0,96	0,85	0,80	0,93
10	0,90	0,86	0,96	0,84	0,79	0,92
20	0,90	0,85	0,96	0,84	0,78	0,92
30	0,89	0,84	0,96	0,84	0,78	0,91

2.2.2. Calcul de la dose cosmique

La dose due aux rayonnements cosmiques peut être calculée à partir de la formule extraite des travaux de (Prescott & Hutton, 1988) :

$$D_0 = 0.21\exp(-0.070x + 0.0005x^2)$$

où D_0 est la dose cosmique en Gy.kg^{-1} et x est la profondeur en hg.cm^{-2} (100 g.cm^{-2}).

D'autres facteurs tels que la latitude ou l'altitude peuvent influencer sur l'estimation de la dose cosmique et (Prescott & Hutton, 1994) proposent une nouvelle formule pour calculer cette dose à une altitude h (exprimé en km) et quelle que soit la latitude géomagnétique à partir de 35° nord:

$$D = D_0 \left[F + J.\exp\left(\frac{h}{H}\right) \right]$$

où D_0 est la dose calculée précédemment et les paramètres H , F et J sont obtenus à partir de la figure 2.12 (Prescott & Stephan, 1982).

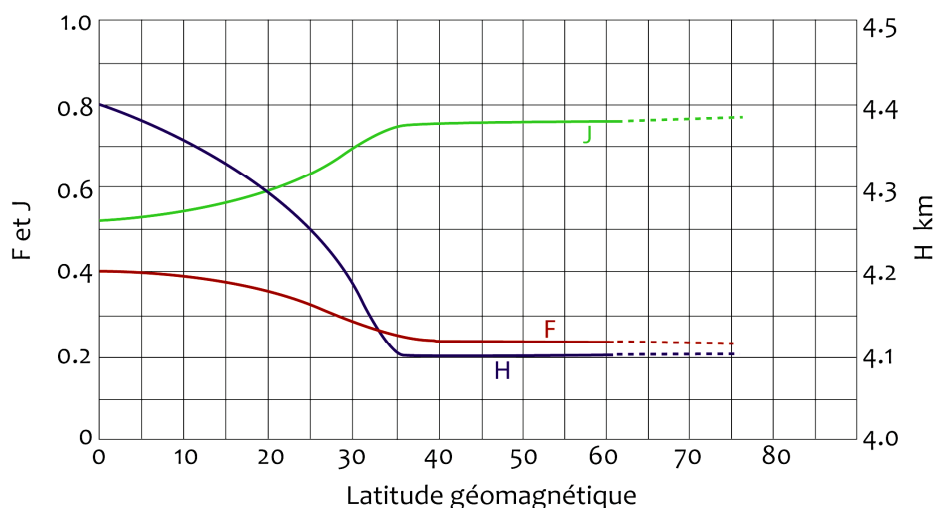


Figure. 2.12 Paramètres de l'expression $D=D_0[F+J*\exp(h/H)]$ permettant de déterminer la dose cosmique (Prescott & Stephan, 1982).

3. Protocole analytique

Comme évoqué précédemment, un âge ESR est obtenu quand on connaît la dose équivalente (D_E) et la dose annuelle (d_a). Afin de déterminer ces deux grandeurs, dès lors que le sédiment est prélevé, il est soumis à une procédure analytique de préparation d'échantillons caractérisée par deux parties principales (Fig. 2.13): une préparation physico-chimique destinée à l'extraction des grains de quartz utilisables pour la datation qui seront ensuite irradiés, blanchis et, finalement, mesurés par ESR et une spectrométrie γ en laboratoire qui nous conduira à la détermination des teneurs en radioéléments et donc des doses α , β et γ . La dosimétrie γ doit également être mesurée *in situ*.

3.1. Préparation physico-chimique et détermination de la dose équivalente

Préparation physico-chimique : Préalablement à l'analyse ESR à proprement parler, les sédiments ont subi une préparation physico-chimique selon le protocole décrit par (Voinchet et al., 2007). Les échantillons sont tamisés à l'eau afin de récupérer la fraction granulométrique 100-200 μm . Cette fraction subit ensuite une attaque chimique à l'acide chlorhydrique (HCl) pendant 12 h pour éliminer les carbonates, puis à l'eau oxygénée (H_2O_2) pendant 12h pour détruire la matière organique et, finalement, à l'acide fluorhydrique (HF) dilué (40%) durant environ 40 minutes pour éliminer les feldspaths et réduire la contribution des rayons α en décapant la couche externe des grains de quartz. Après l'attaque à l'HF, il est nécessaire de réaliser une deuxième attaque à l'HCl afin d'éliminer les fluorures issus de la précédente attaque. La fraction minéralogique restante, composée de minéraux lourds et de minéraux légers, est passée en une liqueur dense,

bromoforme de densité 2.89 qui permet de séparer les grains de quartz (légers) des minéraux lourds. La fraction légère récoltée est ensuite soumise à un séparateur magnétique afin de rejeter les minéraux magnétiques.

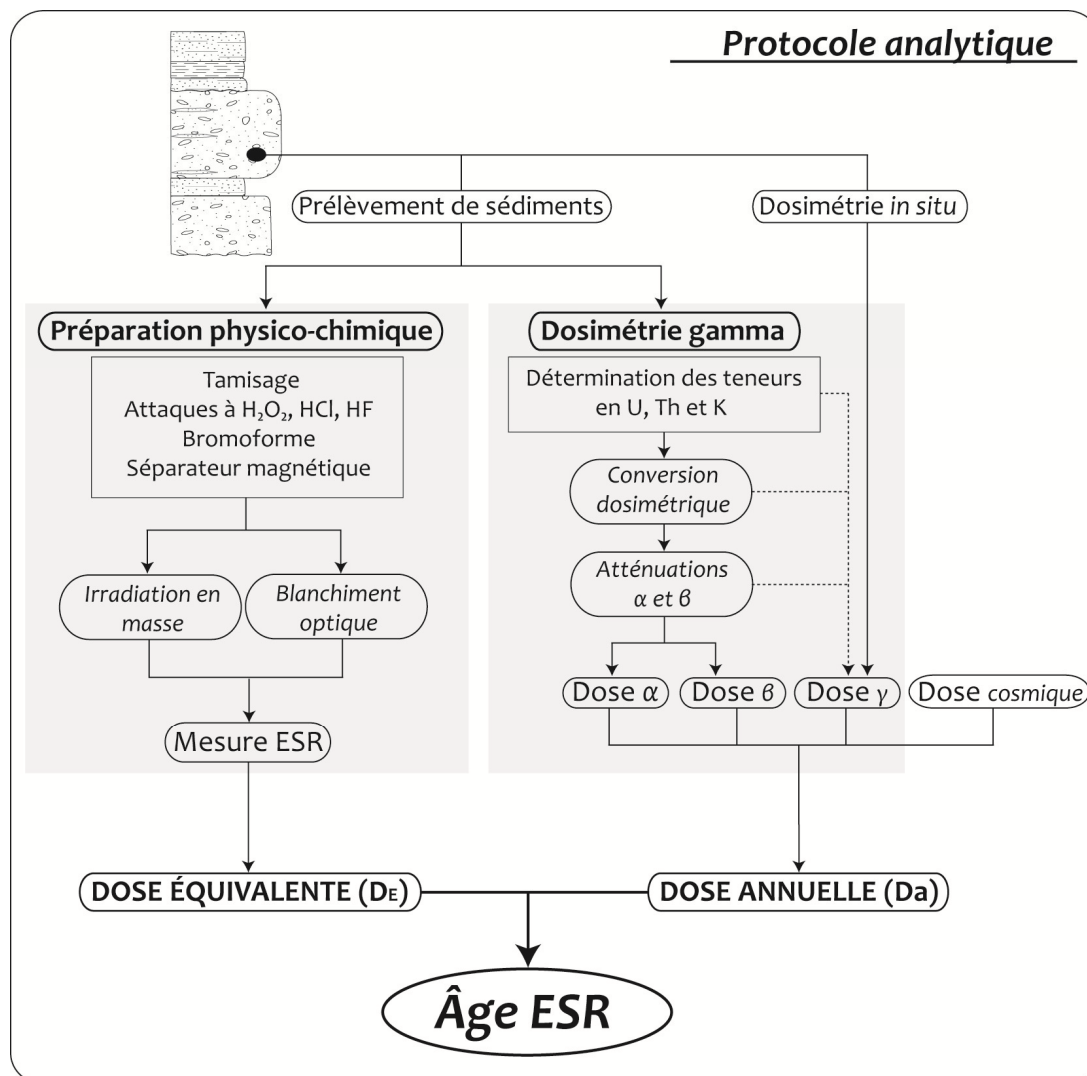


Fig. 2.13. Schéma du protocole analytique de préparation de sédiments pour la datation des quartzs blanchis. Modifié de (Duval, 2008).

En fonction de l'origine de l'échantillon, celui-ci peut présenter une importante quantité de certains minéraux tels que les micas, très riches en fer et en aluminium et extrêmement résistants aux attaques chimiques et difficilement séparables du reste. Afin de minimiser leur éventuelle interférence sur les mesures au spectromètre ESR, il est donc nécessaire dans ce cas de les extraire des échantillons. Compte tenu du fait que la densité de ces minéraux est très voisine de celle du quartz, la séparation au bromoforme ne permet pas leur extraction et une autre technique est donc employée : la flottation. Cette technique consiste en une extraction sélective de certaines composantes d'un mélange minéral grâce à l'action de bulles. Le mélange doit se

présenter sous forme de poudre et être immergé dans de l'eau et la manipulation est effectuée dans une cellule de flottation (Voinchet, 2002). Cependant, dans le cadre de cette thèse, il n'a pas été nécessaire d'appliquer cette technique puisque les échantillons prélevés dans la région d'Atapuerca ne présentaient pas de micas « parasites » associés au quartz. Au terme de cette préparation, les échantillons sont tamisés à sec afin d'éliminer les minéraux dont la taille est devenue inférieure à 100-200 μm lors du protocole.

Irradiation en masse : Chaque échantillon est ensuite divisé en douze aliquotes dont dix sont irradiées via une source γ panoramique au ^{60}Co à des doses croissantes. Dans ce travail, les doses sont : 400, 630, 1000, 1600, 2500, 4000, 6300, 10000, 16000 et 25000 Gy. La onzième aliquote est conservée telle quelle pour déterminer l'intensité du signal naturel et la douzième a été blanchie optiquement par exposition à la lumière pendant 1500 h dans un simulateur solaire de type SOL2 fabriqué par *Dr Honle AG* (Allemagne) afin de déterminer l'intensité ESR résiduelle. Un coefficient de blanchiment, correspondant à l'écart relatif entre l'intensité ESR du point naturel et celle du point blanchi, est calculé pour chaque échantillon. Ce coefficient permet de juger de la qualité du blanchiment initial, d'estimer si tous les échantillons d'une même formation ont subi les mêmes conditions de transport, de voir si certains d'entre eux sont contaminés par des grains non blanchis et de tester l'aptitude des échantillons à la datation.

Les douze aliquotes ont été mesurées par spectrométrie ESR à basse température ($\approx 110\text{ K}$) trois fois. Pendant ces mesures, chaque aliquote a été mesurée par ESR suivant trois angles (0° , 120° , 240°) dans la cavité (Fig. 2.14).

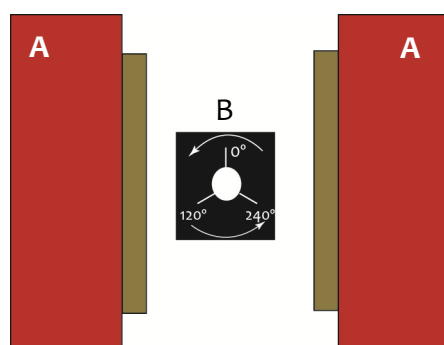


Figure. 2.14. Vue de dessus du schéma d'un spectromètre ESR montrant l'électro-aimant (A) et la cavité (B). Le cercle blanc représente le tube avec l'aliquote qui est mesurée suivant trois angles (0° , 120° et 240°)

Ces mesures ont été faites au Département de Préhistoire du Muséum National d'Histoire Naturelle (MNHN) de Paris, à l'aide d'un spectromètre EMX Bruker en bande X en utilisant les paramètres du tableau 2.7. L'intensité ESR des différents angles mesurés dans chaque aliquote a

été obtenue en mesurant l’amplitude du signal entre le premier et le seizième pic du signal lié au centre aluminium (Yokoyama et al., 1985 ; Toyoda & Falguères, 2003).

Champ magnétique	
Centre	3357 G
Fenêtre de balayage	90 G
Résolution	1024 points
Micro-onde	
Fréquence	9,4 GHz
Puissance	5 mW
Signal	
Fréquence de modulation	100 kHz
Amplitude de modulation	1 G
Temps de conversion	40 ms
Constante de temps	40 ms

Tableau 2.7. Paramètres d’acquisition ESR utilisés dans ce travail pour la mesure du signal du centre Al

Les intensités ESR mesurées pour chaque angle lors de chaque mesure ont été considérées comme des mesures indépendantes ce qui nous permet d’obtenir un ensemble de neuf valeurs d’intensité ESR pour chaque aliquote de chaque échantillon. Afin de normaliser les données récoltées, les points extrêmes sont éliminés, c’est-à-dire, les deux valeurs d’intensité les plus grandes et les deux valeurs d’intensité les plus petites de chaque aliquote. Une moyenne arithmétique de l’intensité de chaque aliquote est ensuite calculée avec les cinq valeurs centrales. Les valeurs d’intensité ESR ainsi obtenues pour chaque aliquote constituent ce que nous avons nommé « Série de référence ». Finalement, dans le cadre du calcul des doses équivalentes (D_E), l’intensité ESR résiduelle a été préalablement soustraite aux intensités ESR de cette « Série de référence » ce qui permet de déterminer directement, à partir de la courbe d’extrapolation, la dose archéologique (Fig. 2.15).

Comme expliqué auparavant (2.1.1.1.), le choix de la fonction mathématique utilisé pour l’extrapolation conduisant à la D_E est crucial si l’on veut obtenir une D_E juste. Dans le cadre de cette thèse, on a systématiquement testé les trois fonctions (SSE, EXP+LIN 2 et DSE) proposées par (Duval et al., 2009) à l’aide du logiciel Microcal Origin 8 dans le but de valider celle qui montre un meilleur compromis entre l’ajustement mathématique de la courbe aux points expérimentaux et la description du phénomène physique observé.

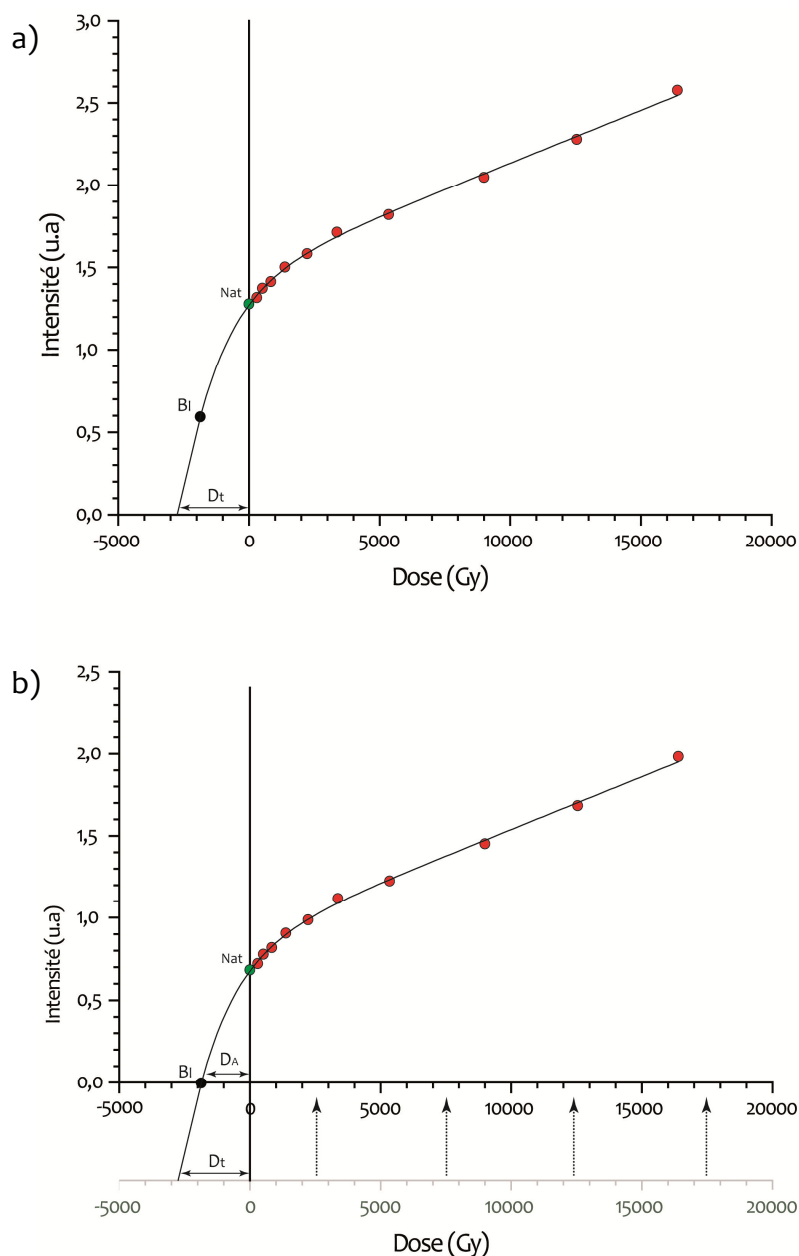


Figure. 2.15 (a) Courbe de croissance montrant les intensités ESR des aliquotes blanchie (noir), naturelle (vert) et irradiées (rouge) (b) Courbe de croissance après la soustraction de l'intensité ESR de l'aliquote blanchie aux intensités ESR du reste des aliquotes.

La fonction DSE présente une bonne corrélation mathématique mais n'explique pas le phénomène physique. Le logiciel force les paramètres de calcul pour obtenir un bon ajustement aux points expérimentaux et le résultat donne des courbes tordues, parfois aberrantes. L'utilisation de cette fonction n'est donc pas recommandable d'après nos données.

Le choix entre la fonction SSE ou EXP+LIN 2 dépend de la sensibilité des grains de quartz à l'irradiation. Tous les échantillons ont été irradiés aux mêmes doses croissantes mais l'absorption de ces doses n'a pas été la même pour toutes les aliquotes ni pour tous les échantillons. Si les grains de quartz sont sensibles à l'irradiation leur courbe de croissance va vite arriver à une

première valeur de saturation (*point d'inflexion*) (Fig.2.16) et elle va continuer à croître avec une deuxième partie de la courbe définie par un terme linéaire.

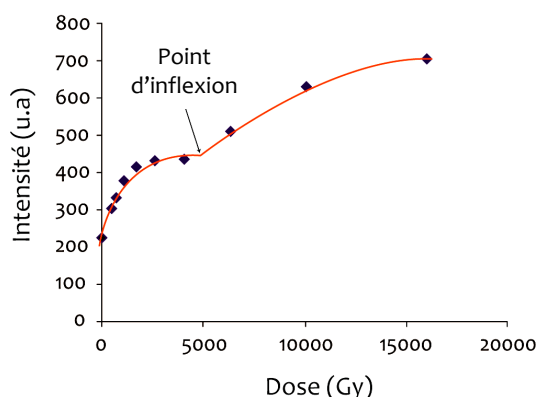


Figure. 2.16 Exemple de courbe qui montre une première valeur de saturation (*point d'inflexion*) et continue à croître.

Dans ce cas, c'est la fonction EXP+LIN 2 qui va décrire le mieux le phénomène observé et qui va permettre d'obtenir un meilleur ajustement mathématique. Par contre, si les grains de quartz ne sont pas assez sensibles, la croissance sera plus lente et nous n'observerons que le terme exponentiel de notre courbe décrit par la fonction SSE.

Les grains de quartz analysés dans le cadre de ce travail montrent le plus souvent une croissance qui semble être le mieux décrite par la fonction EXP+LIN 2 qui sera donc la fonction systématiquement utilisée pour calculer la D_E . La fonction SSE, traditionnellement utilisée pour le quartz blanchi (Liu et al, 2010, Voinchet et al, 2010), ne décrit pas correctement les points expérimentaux obtenus et la courbe de croissance construite à partir de cette fonction ne passe pas, dans la plupart des cas, par le point naturel. La conséquence la plus directe de ce phénomène est une mauvaise appréciation de la D_E car la courbe passe au-dessus du point naturel, ce qui provoque une surestimation de l'âge comme on peut le voir sur l'un de nos échantillons de Gran Dolina (Fig. 2.17).

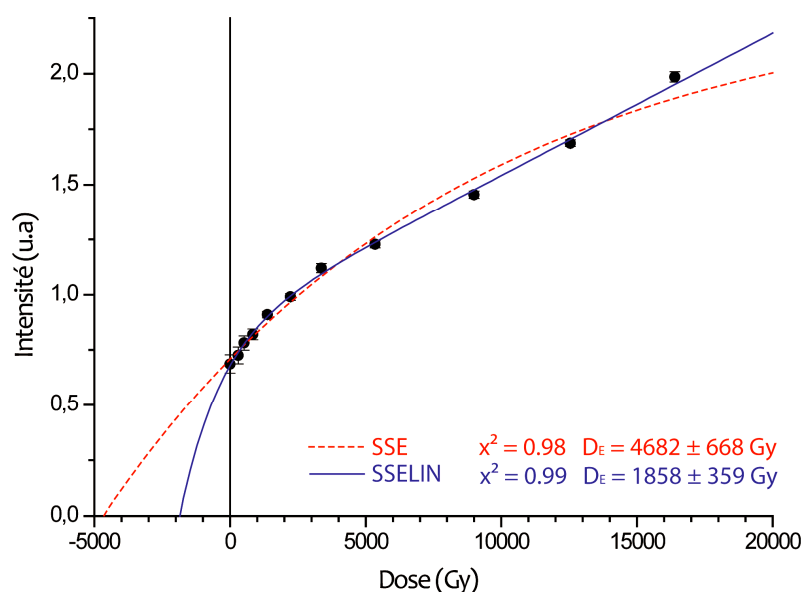


Figure. 2.17 Courbes de croissances obtenues pour l'échantillon TD6-o8-18 à partir d'une fonction SSE (en pointillé) et SSELIN. Toutes les courbes de croissance obtenues sont présentées en annexe 2. Voir phénomènes analogues dans (Duval et al., 2011)

3.2. Détermination de la d_α

Dans le cadre de ce travail, la dose externe a été déterminée à partir des teneurs en radioéléments mesurés par spectrométrie γ en laboratoire à partir d'une partie de l'échantillon prélevé sur le terrain (~ 100 g). Les facteurs de conversion « Full série » ont été utilisés pour convertir les valeurs d'activités de différents isotopes mesurés (^{238}U , ^{226}Ra , ^{222}Rn , ^{232}Th et ^{40}K) en doses effectives (d_α , d_β et d_γ). Pour l'efficacité α , une valeur de $k = 0.2 \pm 0.1$ a été considérée (Yokoyama et al., 1985).

Pour les échantillons prélevés dans les vallées fluviales (Arlanzón, Arlanza et Pico) et à la base du site de Gran Dolina (TD1), des nombreuses mesures de dosimétrie γ *in situ* ont été réalisées à l'aide d'un spectromètre γ portable (INSPECTOR1000 CANBERRA). Compte tenu de la richesse archéologique du site de Gran Dolina, la dosimétrie γ *in situ* à l'aide d'un spectromètre γ portable des niveaux supérieurs n'a pas pu être réalisée et une dizaine de dosimètres TL a été donc placée le long du remplissage afin d'obtenir une dose γ de terrain pour ces échantillons. Les mesures γ de terrain ont été systématiquement utilisées de préférence aux valeurs obtenues par spectrométrie γ en laboratoire.

Afin de calculer les doses effectives réellement reçues par l'échantillon, plusieurs facteurs d'atténuation ont été pris en compte lors du calcul de la dose externe. Pour une fraction granulométrique de 100-200 μm et une épaisseur moyenne décapée de 10 μm , dans le cas des rayonnements α , les valeurs d'atténuation utilisées sont 0.051 pour les séries de l'uranium et 0.072 pour les séries du thorium (Brennan et al., 1991). Pour les rayonnements β , les valeurs d'atténuation sont 0.872 pour les séries de l'uranium, 0.824 pour les séries du thorium et 0.942 pour le potassium (Brennan, 2003). Une teneur en eau de 10 % a été considérée pour tous les échantillons.

Le calcul de la dose cosmique a été effectué à partir de la formule proposé par (Prescott & Hutton, 1994).

Partie III : RÉSULTATS

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

L'établissement d'un cadre chronostratigraphique de la région de Atapuerca permettant d'établir des corrélations, en s'appuyant sur des datations paléodosimétriques, la formation et l'évolution du système endokarstique de la Sierra d'Atapuerca avec les différentes phases d'incision de l'Arlanzón, est l'un des principaux objectifs de cette thèse doctorale.

Pour répondre à cette problématique, une mission de prélèvements pour datation ESR a été effectuée du 7 au 14 juillet 2008 par la doctorante (Davinia Moreno) et les docteurs A. Pérez-González, A. Benito-Calvo et J. Despriée. Cette mission avait comme objectif d'échantillonner d'une part, les sites de Gran Dolina et Penal dans la Trinchera del Ferrocarril de la Sierra d'Atapuerca, et d'autre part, les terrasses fluviales des rivières Arlanzón, Arlanza et Pico.

Un ensemble de 51 échantillons de sédiments ont été ainsi prélevés en 2008 : 40 à la Trinchera del Ferrocarril (39 à Gran Dolina et 1 à Penal) et 11 sur les terrasses fluviales (5 dans l'Arlanzón, 4 dans l'Arlanza et 2 dans le Pico). Les 5 échantillons prélevés en 2005 dans la vallée de l'Arlanzón par C. Falguères et M. Duval ont été également datés et intégrés à ce travail.

L'échantillonnage et les résultats obtenus pour les 56 échantillons de sédiment prélevés et analysés dans le cadre de ce travail seront ensuite présentés en détail. Le chapitre 6 est consacré à la présentation des résultats du karst de la Sierra d'Atapuerca, c'est-à-dire, aux résultats des sites Gran Dolina et Penal tandis que le chapitre 7 est dédié aux résultats de chaque vallée fluviale.

Pour l'ensemble des échantillons traités dans le cadre de ce travail et présentés ci-après, le calcul des doses équivalentes a été réalisé à partir des valeurs des intensités ESR d'une série de

référence en utilisant la fonction SSE+LIN 2 (PARTIE II, Chapitre 5). Dans certains cas, les points expérimentaux présentent des valeurs d'intensité ESR trop basses ou trop élevées par rapport à la dose reçue lors de l'irradiation en masse. Ces valeurs pourraient indiquer une hétérogénéité des grains de quartz au sein de l'échantillon et donc une plus faible ou plus forte sensibilité à l'irradiation pour ces aliquotes. Les points correspondant à ces aliquotes ne s'intègrent donc pas dans la description mathématique de la croissance de l'échantillon et rendent l'ajustement de la courbe de régression aux points expérimentaux difficile, voire impossible.

Afin d'obtenir un meilleur ajustement de la courbe aux points expérimentaux, nous avons décidé d'éliminer les points « *problématiques* ». Les courbes obtenues en utilisant tous les points expérimentaux et celles obtenues après l'élimination des points « *aberrants* » sont présentées dans l'annexe 2. Nous présentons ci-dessous, à titre d'exemple, les courbes obtenues lors du calcul de la dose équivalente de l'échantillon TD 08-01bis. L'élimination des points correspondant aux doses 528 Gy et 12650 Gy (Fig. 3.1) améliore notablement la dose équivalente de l'échantillon TD 08-01bis mais elle reste sous-estimée par rapport aux doses équivalentes obtenues pour les échantillons en provenance du même niveau.

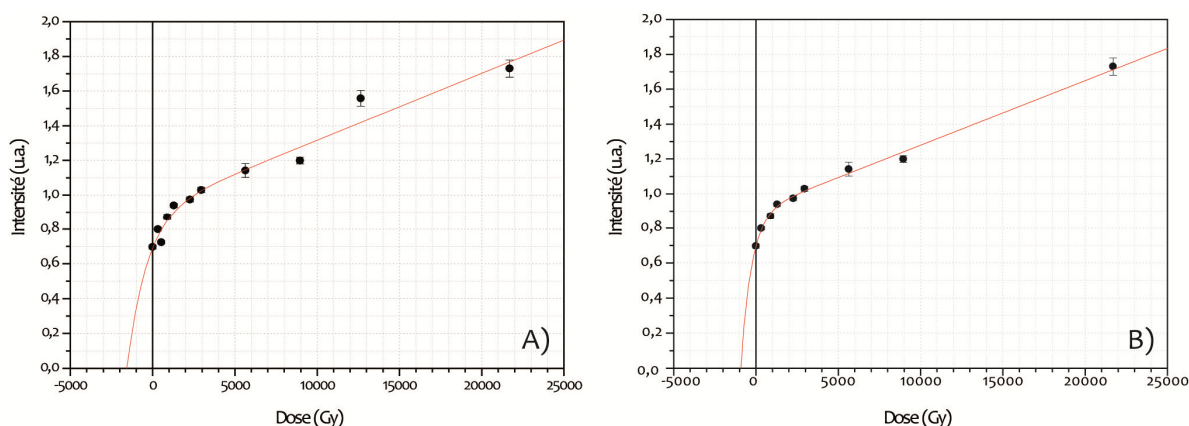


Figure 3.1. (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-01bis en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.94$ et la $D_E = 1560 \pm 986$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant les points correspondant aux doses 528 Gy et 12650 Gy. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 943 \pm 251$ Gy.

Le fait de retirer des points « *problématiques* » diminue mathématiquement la marge d'erreur sur la paléodose. Néanmoins, l'âge obtenu pour cet échantillon aura un poids plus faible lors des interprétations qu'un âge obtenu à partir d'un échantillon sans points « *problématiques* ».

Lors du calcul des doses annuelles de tous les échantillons analysés pendant cette étude, les paramètres de calcul suivants ont été utilisés :

- les facteurs de conversion en doses des teneurs en radioéléments des séries de l'uranium et du thorium déterminés par Adamiec et Aitken (1998)
- le coefficient d'atténuation des particules α d'après (Brennan et al., 1991)

- les facteurs d'atténuation β d'après (Brennan, 2003)
- la dose due aux rayonnements cosmiques a été calculée à partir de la formule extraite des travaux de (Prescott & Hutton, 1994)
- le coefficient d'atténuation lié à la teneur en eau a été déterminé à partir de la relation de (Grün, 1994).

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

CHAPITRE 6

Le karst de la Sierra de Atapuerca

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Les remplissages de Gran Dolina et Penal constituent deux parties d'un même conduit karstique, tous deux situés dans le niveau intermédiaire du système endokarstique de la Sierra d'Atapuerca (Fig. 1.6). Néanmoins, les données micropaléontologiques et sédimentologiques n'indiquent pas une corrélation entre les deux sites évidente. Ces derniers ont été échantillonnés dans le cadre de cette thèse afin de trouver des renseignements permettant de mieux expliquer le rapport les reliant.

1. Le site de Gran Dolina (TD)

La séquence stratigraphique de Gran Dolina (Fig. 3.2) est constituée par un remplissage d'environ 18 m d'épaisseur au sein duquel 11 niveaux stratigraphiques (TD1 à TD11) ont été identifiés (Gil et al., 1987; Hoyos & Aguirre, 1995; Parés & Pérez-González, 1995; Parés & Pérez-González, 1998; Pérez-González et al., 2001). Comme cela a été déjà signalé (Partie I, Chapitre 2), la partie supérieure de cette séquence (TD6 à TD11) a été datée par ESR/U-Th (Falgüères et al., 1999) et par IRSL et TL (Berger et al., 2008) offrant l'opportunité d'ajuster la méthode de datation par ESR sur quartz à ce type particulier de dépôts. La partie inférieure (TD1 à TD5), qui n'a pas encore été datée, apportera des renseignements sur les niveaux préhistoriques et permettra d'établir un lien entre le site de Gran Dolina et le site de la Sima del Elefante. Cette relation sera particulièrement important étant donné que ce site a livré les restes humains les plus anciens d'Europe, datés d'environ 1,2 M.a. (Carbonell et al., 2008).

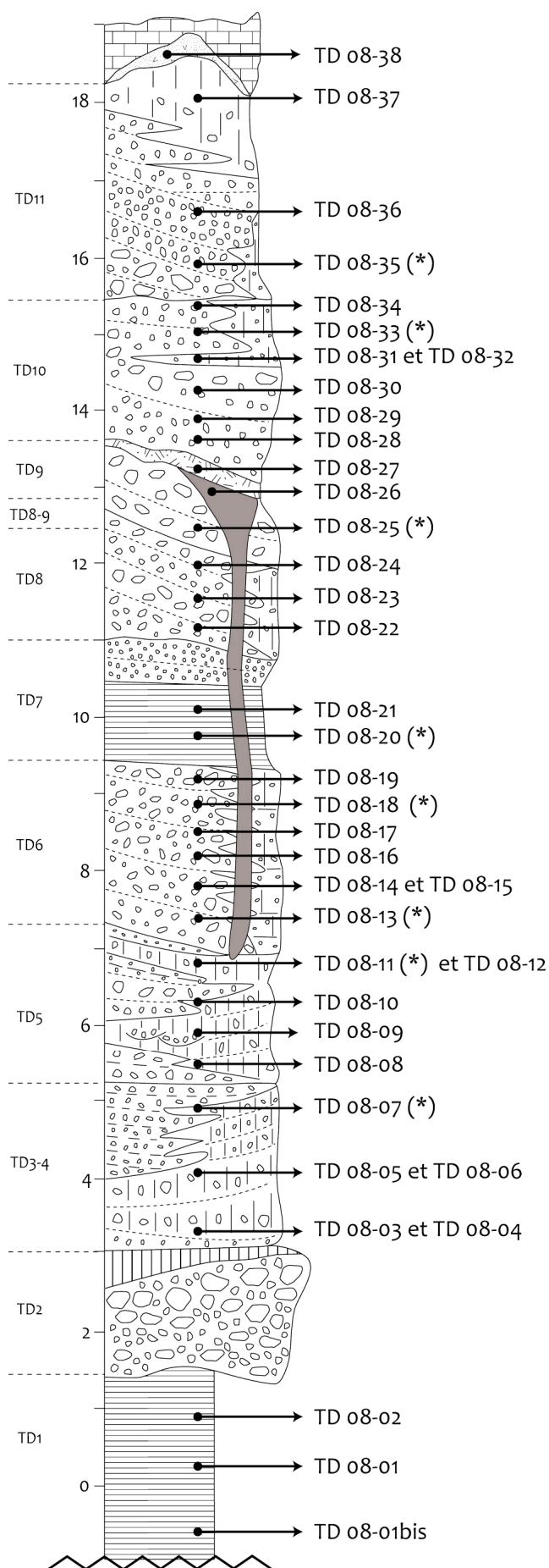


Figure. 3.2. Colonne stratigraphique synthétique du site de Gran Dolina montrant la position des échantillons prélevés. (*) Emplacement des dosimètres TL.

La stratégie de prélèvement suivie a été guidée par deux objectifs principaux : le prélèvement de plusieurs échantillons par niveau, en augmentant l'échantillonnage au niveau des couches correspondant aux niveaux archéologiques actuellement en fouille (TD6 et TD10) et le positionnement stratigraphique très précis de tous les prélèvements afin d'avoir un contrôle exhaustif des différents lithofaciès (endo- et exokarstiques) formant le remplissage. Dès que possible, l'échantillonnage a été effectué exactement à l'endroit où d'autres chercheurs avaient fait leurs prélèvements pour analyses géochronologiques par luminescence (G. Berger), par paléomagnétisme (J.M. Parés) ou par nuclides cosmogéniques (D.E. Granger).

39 échantillons ont ainsi été prélevés en juillet 2008 tout le long de la séquence. Ils sont numérotés de « TD 08-01bis » à « TD 08-38 » en suivant la stratigraphie, de la base au sommet. Chaque échantillon a été positionné stratigraphiquement au sein d'un profil synthétique (Fig. 3.1). La présentation des prélèvements ainsi que celle des résultats sera faite en fonction des niveaux stratigraphiques, de la base vers le sommet. Une description de la lithologie de chaque niveau a été détaillée dans la PARTIE I au Chapitre 2.

1.1. Niveau TD1 et TD2

1.1.1. Échantillonnage

Trois échantillons de sédiments ont été prélevés dans le niveau TD1 : TD 08-01, TD 08-02 et TD 08-01bis (Fig. 3.3).

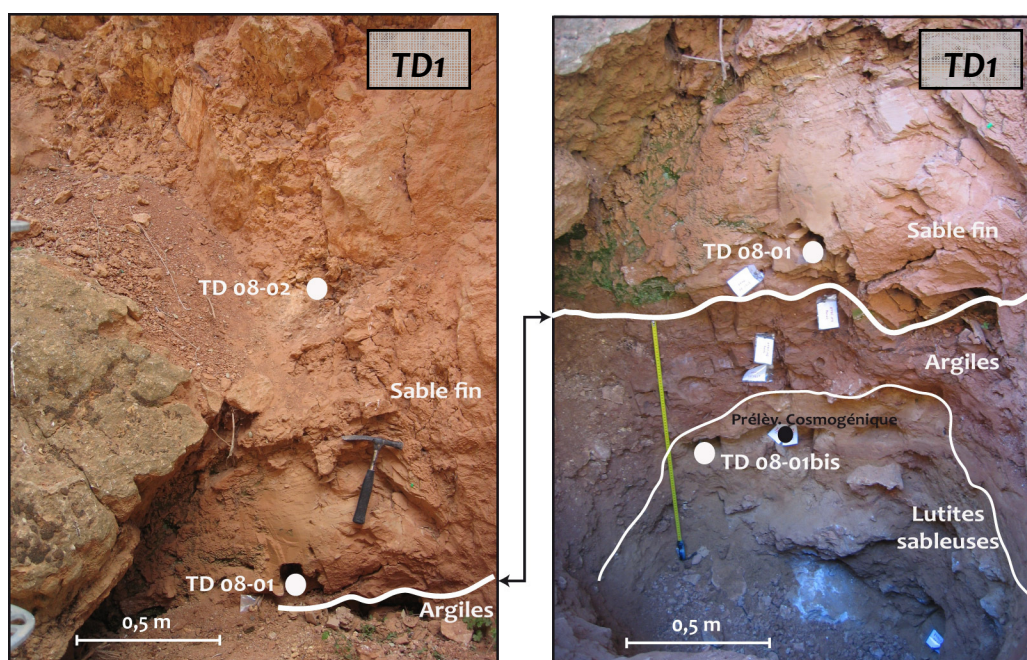


Figure 3.3. Niveau TD1 : position des échantillons TD 08-01, TD 08-02 et TD 08-01-bis

Les deux premiers échantillons ont été prélevés dans une couche de sable fin induré et localement laminée au sommet de l'unité stratigraphique. L'échantillon n° 01-bis a été pris en dessous des deux premiers et en parallèle des prélèvements réalisés par D.E. Granger pour une datation par nucléides cosmogéniques dans un niveau de lutites sableuses (sables très fins). Une mesure de dosimétrie γ *in situ* a été réalisée pour chaque prélèvement.

Compte tenu de ses caractéristiques lithologiques peu favorables à la datation par ESR-OB, le niveau TD2 n'a pas été échantillonné.

1.1.2. Résultats

Les données radiométriques et dosimétriques obtenues pour les échantillons TD 08-01, TD 08-02 et TD 08-01-bis sont présentées dans les tableaux 3.1 et 3.2.

Échantillon	^{238}U (ppm)	^{232}Th (ppm)	K (%)	Teneur en eau (%)	Profondeur relative (cm)	Blanchiment (%)
TD 08-02	2,873 \pm 0,114	13,586 \pm 0,185	3,271 \pm 0,023	10	1837	55
TD 08-01	2,947 \pm 0,170	10,919 \pm 0,272	2,035 \pm 0,030	10	1934	56
TD 08-01bis	1,473 \pm 0,128	5,185 \pm 0,190	0,866 \pm 0,020	10	2018	54

Tableau 3.1. Données radiométriques des échantillons TD 08-01, TD 08-02 et TD 08-01bis prélevés dans le niveau TD1

Échantillon	D_α ($\mu\text{Gy/a}$)	D_β ($\mu\text{Gy/a}$)	D_γ ($\mu\text{Gy/a}$)	D_{cos} ($\mu\text{Gy/a}$)	d_a ($\mu\text{Gy/a}$)	D_E (Gy)	Âge (Ma)
TD 08-02	96 \pm 2	2704 \pm 31	840 \pm 84	30 \pm 2	3671 \pm 93	2401 \pm 515	0,65 \pm 0,14
TD 08-01	85 \pm 3	1861 \pm 44	1231 \pm 123	28 \pm 1	3205 \pm 135	3791 \pm 459	1,18 \pm 0,15
TD 08-01bis	41 \pm 2	827 \pm 31	878 \pm 88	27 \pm 1	1774 \pm 96	943 \pm 251	0,53 \pm 0,14

Tableau 3.2. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons TD 08-01, TD 08-02 et TD 08-01bis prélevés dans le niveau TD1. En gras, les doses γ de terrain (spectromètre portable).

La teneur en radioéléments de l'échantillon TD 08-01bis est 50% plus petite que celle des échantillons TD 08-01 et TD 08-02. L'échantillon TD 08-02, bien qu'ayant la même teneur en radioéléments que l'échantillon TD 08-01, présente une dose γ très faible. Ceci est sans doute lié à la forte hétérogénéité du niveau.

Les points expérimentaux de l'échantillon TD 08-01 décrivent une courbe régulière malgré le point correspondant à la dose 313 Gy qui est trop élevé et qui a dû être supprimé. La dose équivalente de l'échantillon TD 08-02 a été calculée avec tous les points.

Trois âges ont été donc obtenus pour le niveau TD1: 0,65 \pm 0,14 Ma pour l'échantillon TD 08-02, 1,18 \pm 0,15 Ma pour l'échantillon TD 08-01 et 0,53 \pm 0,14 Ma pour l'échantillon TD 08-01-bis.

1.2. Niveau TD3-4

1.2.1. Échantillonnage

Deux échantillons (TD 08-03 et TD 08-04) ont été prélevés dans le premier faciès de l'unité TD3-4. Ils sont séparés horizontalement de 45 cm et situés à côté du prélèvement effectué en 2007 pour les datations par nucléides cosmogéniques et paléomagnétisme. Les échantillons TD 08-05 et TD 08-06 ont été pris 75 cm au dessus des échantillons précédents et sont séparés de 90 cm. Ils se trouvent dans le second faciès de cette unité, à proximité de l'emplacement d'un échantillon cosmogénique prélevé en 2007. Enfin, un cinquième échantillon (TD 08-07) a été récolté 62 cm au dessus de l'échantillon TD 08-06 (Fig. 3.4).

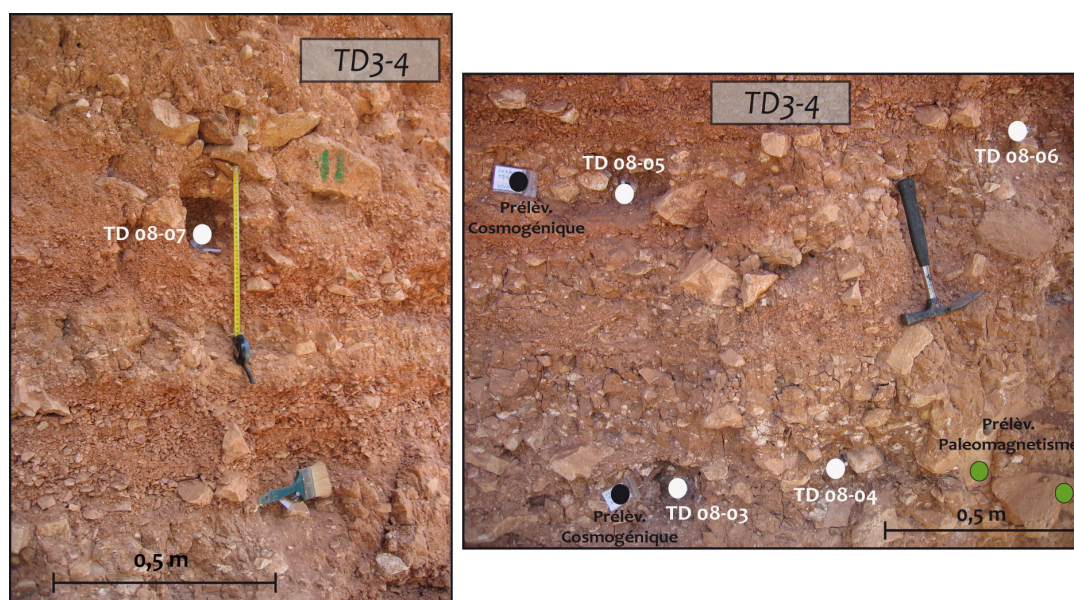


Figure. 3.4. Niveau TD3-4 : position des échantillons TD 08-03, TD 08-04, TD 08-05, TD 08-06 et TD 08-07

1.2.2. Résultats

Les données radiométriques et dosimétriques obtenues pour les échantillons TD 08-03, TD 08-04, TD 08-05, TD 08-06 et TD 08-07 sont présentées dans les tableaux 3.3 et 3.4.

Échantillon	^{238}U (ppm)	^{232}Th (ppm)	K (%)	Teneur en eau (%)	Profondeur relative (cm)	Blanchiment (%)
TD 08-07*	1,346 \pm 0,063	3,108 \pm 0,087	0,455 \pm 0,008	10	1488	52
TD 08-06	2,823 \pm 0,097	8,013 \pm 0,144	1,231 \pm 0,015	10	1545	54
TD 08-05	1,995 \pm 0,099	5,688 \pm 0,148	0,872 \pm 0,015	10	1557	53
TD 08-04	2,734 \pm 0,097	9,031 \pm 0,148	1,349 \pm 0,015	10	1619	46
TD 08-03	3,237 \pm 0,178	9,695 \pm 0,280	1,553 \pm 0,029	10	1633	57

Tableau 3.3. Données radiométriques des échantillons TD 08-03, TD 08-04, TD 08-05, TD 08-06 et TD 08-07 prélevés dans le niveau TD3-4

Échantillon	D _α (μGy/a)	D _β (μGy/a)	D _γ (μGy/a)	D _{cos} (μGy/a)	d _a (μGy/a)	D _E (Gy)	Âge (Ma)
TD 08-07*	30 ± 1	506 ± 14	349 ± 35	39 ± 2	924 ± 39	2278 ± 685	2,47 ± 0,75
TD 08-06	70 ± 2	1270 ± 23	(887 ± 19)	37 ± 2	2264 ± 30	2569 ± 844	1,13 ± 0,37
TD 08-05	50 ± 2	899 ± 24	(628 ± 19)	37 ± 2	1614 ± 31	1504 ± 430	0,93 ± 0,27
TD 08-04	74 ± 2	1356 ± 23	(947 ± 19)	35 ± 2	2412 ± 30	815 ± 225	0,34 ± 0,09
TD 08-03	83 ± 3	1557 ± 44	(1069 ± 36)	34 ± 2	2744 ± 57	2100 ± 300	0,77 ± 0,11

Tableau 3.4. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons TD 08-03, TD 08-04, TD 08-05, TD 08-06 et TD 08-07 prélevés dans le niveau TD3-4. Entre parenthèses et en italique, les doses γ de laboratoire. En gras, les doses γ de terrain (dosimètres TL). (*) Position du dosimètre TL

La teneur en radioéléments ainsi que la dose γ diminuent vers le sommet du niveau. Les échantillons TD 08-03 et TD 08-04 présentent les teneurs les plus élevées avec, en moyenne, 3 ppm d'uranium et 9 ppm de thorium et une dose γ d'environ 1000 μGy/a tandis que l'échantillon TD 08-07 montre une valeur de 1,3 ppm d'uranium et 3 ppm de thorium et une dose γ de 350 μGy/a. On suspecte une perte en radioéléments (lessivage) pour les échantillons TD 08-05 et TD 08-07. La conséquence la plus directe de cette perte en radioéléments, notamment dans le cas de l'échantillon TD 08-07, est une forte sous-estimation de la dose annuelle celle-ci étant presque trois fois plus faible que celle du reste des échantillons de ce niveau.

Les échantillons du niveau TD3-4 de Gran Dolina montrent une dispersion assez importante des points expérimentaux ce qui a rendu difficile le calcul des doses équivalentes. Pour surmonter ce problème, les points aberrants correspondant aux doses 901 Gy, 1110 Gy et 8275 Gy pour l'échantillon TD 08-03, 2330 Gy, 3465 Gy et 9060 Gy pour l'échantillon TD 08-04, 562 Gy, 1440 Gy et 9130 Gy pour l'échantillon TD 08-05 et 12300 Gy pour l'échantillon TD 08-07 ont été éliminés. Seule la dose équivalente de l'échantillon TD 08-06 a été calculée en utilisant tous les points expérimentaux (Annexe 2). Néanmoins, malgré l'élimination des points aberrants, l'allure de la courbe de croissance de l'échantillon TD 08-04 a rendu extrêmement difficile l'ajustement de la fonction et la dose équivalente ainsi obtenue est trop faible par rapport aux échantillons du même niveau. Cet échantillon ne doit donc pas être pris en compte lors du calcul d'âge du niveau. L'échantillon TD 08-03 montre le même problème que l'échantillon TD 08-04 mais l'élimination des points aberrants a permis un meilleur ajustement pour cette courbe. La dose équivalente doit cependant être prise en compte avec précaution.

Ces échantillons ont livré les âges suivants : 0,77 ± 0,11 Ma pour l'échantillon TD 08-03, 0,34 ± 0,09 Ma pour l'échantillon TD 08-04, 0,93 ± 0,27 Ma pour l'échantillon TD 08-05, 1,13 ± 0,37 Ma pour l'échantillon TD 08-06 et 2,47 ± 0,75 Ma pour l'échantillon TD 08-07.

1.3. Niveau TD5

1.3.1. Échantillonnage

Cinq échantillons ont été prélevés dans la couche TD5 composée de lutites sableuses à grands blocs de calcaire. Il s’agit des échantillons : TD 08-08, TD 08-09, TD 08-10, TD 08-11 et TD 08-12. Le premier échantillon (TD 08-08) se trouve à la base de l’unité, le deuxième (TD 08-09) au milieu et le troisième (TD 08-10) se situe 47 cm au dessus. Enfin, les échantillons TD 08-11 et TD 08-12 proviennent d’un petit niveau argileux situé au sommet de l’unité. Ils se trouvent 20 cm en dessous de la base de TD6 et sont séparés horizontalement de quelques centimètres.

1.3.2. Résultats

Les données radiométriques et dosimétriques obtenues pour les échantillons TD 08-08, TD 08-09, TD 08-10, TD 08-11 et TD 08-12 sont présentées dans les tableaux 3.5 et 3.6.

Échantillon	²³⁸ U (ppm)	²³² Th (ppm)	K (%)	Teneur en eau (%)	Profondeur relative (cm)	Blanchiment (%)
TD 08-12	3,012 ± 0,165	9,930 ± 0,256	1,714 ± 0,027	10	1332	
TD 08-11*	2,093 ± 0,105	8,067 ± 0,161	1,118 ± 0,016	10	1310	
TD 08-10	3,460 ± 0,168	6,278 ± 0,239	0,958 ± 0,024	10	1380	55
TD 08-09	1,969 ± 0,109	6,274 ± 0,161	0,905 ± 0,016	10	1424	
TD 08-08	1,962 ± 0,102	6,303 ± 0,153	0,988 ± 0,016	10	1455	56

Tableau 3.5. Données radiométriques des échantillons TD 08-08 à TD 08-12 prélevés dans le niveau TD5

Échantillon	D _α (μGy/a)	D _β (μGy/a)	D _γ (μGy/a)	D _{cos} (μGy/a)	d _a (μGy/a)	D _E (Gy)	Âge (Ma)
TD 08-12	81 ± 3	1641 ± 41	585 ± 59	44 ± 2	2352 ± 79		
TD 08-11*	62 ± 2	1116 ± 25	585 ± 59	45 ± 2	1808 ± 67		
TD 08-10	70 ± 3	1130 ± 39	(819 ± 32)	42 ± 2	2062 ± 51	2265 ± 330	1,10 ± 0,16
TD 08-09	52 ± 2	929 ± 26	(658 ± 21)	41 ± 2	1680 ± 33		
TD 08-08	52 ± 2	983 ± 25	(676 ± 20)	40 ± 2	1751 ± 32	1243 ± 560	0,71 ± 0,32

Tableau 3.6. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons TD 08-08 à TD 08-12 prélevés dans le niveau TD5. Entre parenthèses et en italique, les doses γ de laboratoire. En gras, les doses γ de terrain (dosimètres TL). (*) Position du dosimètre TL

La teneur en radioéléments et donc les doses α et β des échantillons prélevés dans le niveau TD5 augmente de la base vers le sommet. Les doses γ calculées en laboratoire suivent également cette tendance. Nous avons utilisé lors du calcul de la dose annuelle des échantillons TD 08-11 et TD 08-12 la dose γ mesurée à partir du dosimètre TL placé au niveau de l’échantillon TD

08-11. Cette dose est légèrement inférieure par rapport aux doses calculées en laboratoire pour le reste des échantillons traduisant mieux l'influence des blocs de carbonates et de la teneur en eau du sédiment.

Contrairement aux échantillons, TD 08-08 et TD 08-10, aucun calcul de D_E n'a pu être fait pour les échantillons TD 08-09, TD 08-11 et TD 08-12 puisque ces échantillons montrent un spectre ESR du signal d'aluminium déformé. Selon certains auteurs (R. Grün, comm. pers) le signal du centre Al serait déformé par un signal du centre Mn ce qui empêche de mesurer l'intensité entre les pics du signal d'aluminium (Fig. 3.5).

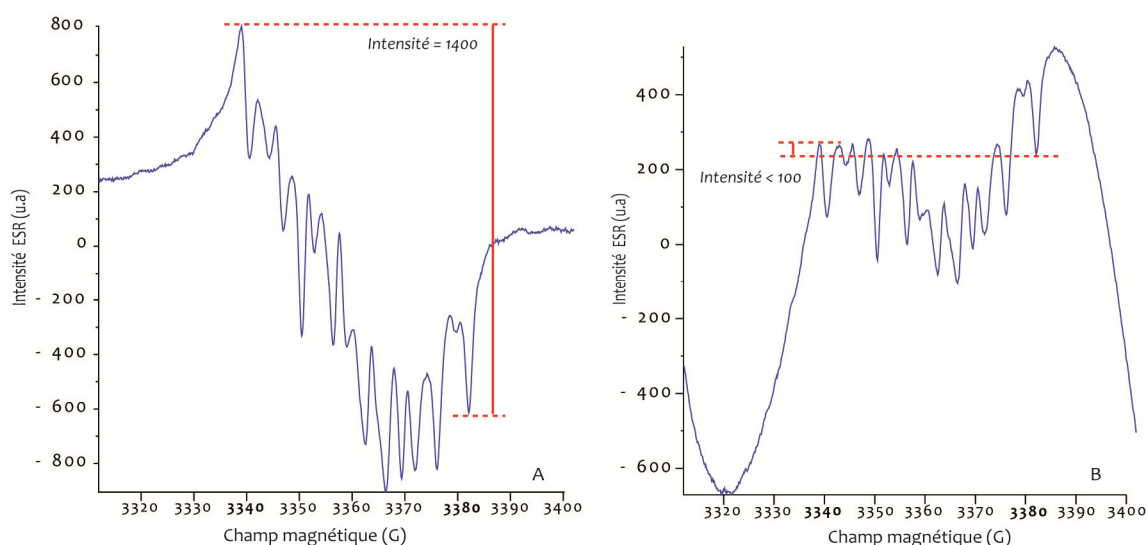


Figure. 3.5. (A) Spectre ESR du centre Al de l'échantillon TD 08-10 (B) Spectre ESR du centre Al de l'échantillon TD 08-11

Les âges obtenus pour les échantillons TD 08-08 et TD 08-10 sont, $0,71 \pm 0,32$ Ma et $1,10 \pm 0,16$ Ma, respectivement.

1.4. Niveau TD6

1.4.1. Échantillonnage

Le niveau TD6 est constitué par 2-2,5 m de blocs et de graviers enrobés par une matrice argileuse peu abondante. Ce niveau a été divisé en trois unités lithostratigraphiques, de la base au sommet : TD6-3, TD6-2 et TD6-1 (Rodríguez et al., 2011). Sept échantillons y ont été prélevés: TD 08-13 à TD 08-19 (Fig. 3.6).

Dans le niveau TD6-3, trois échantillons ont été prélevés : TD 08-13 à la base et TD 08-14 et 15, au sommet. Ces deux échantillons sont séparés horizontalement de quelques centimètres.

Dans le niveau TD6-2, nous avons prélevé un échantillon par sous-niveau : TD 08-16 dans le sous-niveau « Jordi », TD 08-17 à côté d'un prélèvement pour une datation cosmogénique antérieure (2007) dans le sous-niveau intermédiaire et, enfin, TD 08-18 dans le sous-niveau « Pep ».

Dans le niveau TD6-1, également subdivisé en trois sous-niveaux (TD6-1-1, TD6-1-2 et TD6-1-3), seul le sous-niveau TD6-1-2 a été prélevé : TD 08-19.

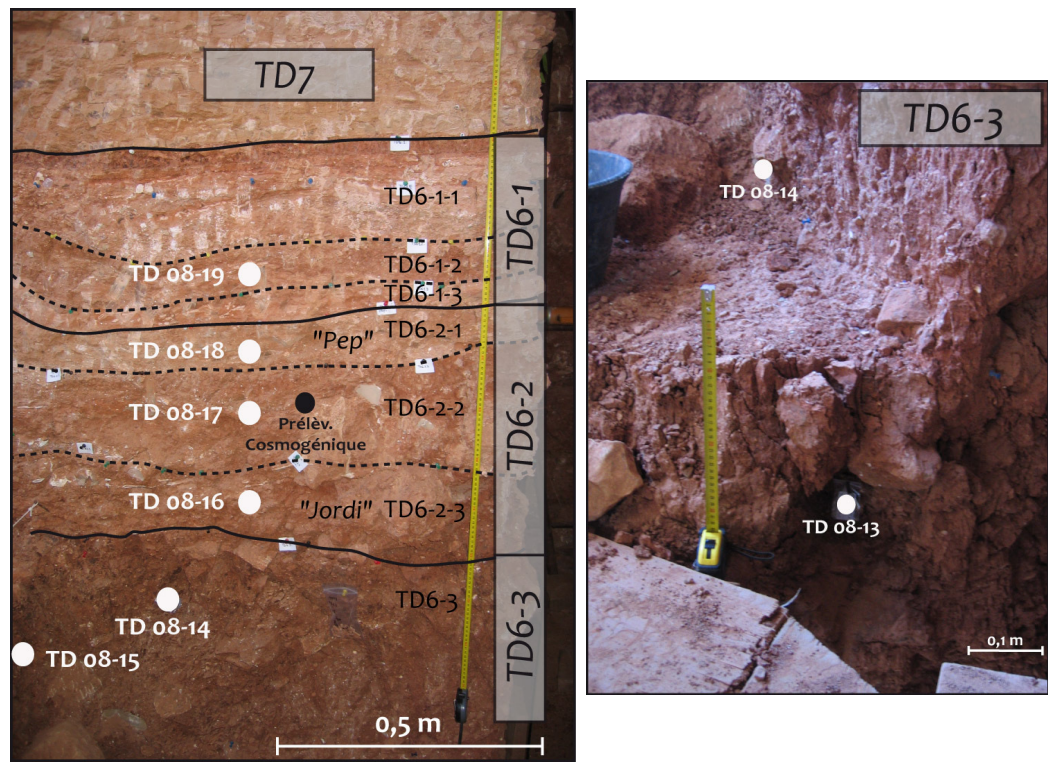


Figure 3.6. Niveau TD6: position des échantillons TD 08-13 à TD 08-19

1.4.2. Résultats

Les données radiométriques et dosimétriques obtenues pour les échantillons TD 08-13, TD 08-14, TD 08-15, TD 08-16, TD 08-17, TD 08-18 et TD 08-19 sont présentées dans les tableaux 3.7 et 3.8.

Sous-niveau	Échantillon	²³⁸ U (ppm)	²³² Th (ppm)	K (%)	Teneur en eau (%)	Prof relative (cm)	Blanch (%)
TD6-1	TD 08-19	6,670 ± 0,178	10,47 ± 0,247	1,512 ± 0,025	10	1091	53
TD6-2	TD 08-18*	7,699 ± 0,113	7,951 ± 0,140	1,124 ± 0,014	10	1110	53
	TD 08-17	5,428 ± 0,127	9,872 ± 0,177	1,352 ± 0,017	10	1131	56
	TD 08-16	4,674 ± 0,195	12,14 ± 0,289	1,645 ± 0,028	10	1148	54
	TD 08-15	5,995 ± 0,185	11,105 ± 0,264	1,567 ± 0,026	10	1192	56
TD6-3	TD 08-14	5,665 ± 0,140	11,022 ± 0,202	1,619 ± 0,020	10	1186	58
	TD 08-13*	5,089 ± 0,185	9,308 ± 0,260	1,504 ± 0,027	10	1195	61

Tableau 3.7. Données radiométriques des échantillons TD 08-13 à TD 08-19 prélevés dans le niveau TD6

Échantillon	D_{α} ($\mu\text{Gy/a}$)	D_{β} ($\mu\text{Gy/a}$)	D_{γ} ($\mu\text{Gy/a}$)	D_{\cos} ($\mu\text{Gy/a}$)	d_a ($\mu\text{Gy/a}$)	D_E (Gy)	Âge (Ma)
TD 08-19	128 \pm 3	1930 \pm 41	953 \pm 95	56 \pm 3	3067 \pm 109	2351 \pm 989	0,77 \pm 0,32
TD 08-18*	129 \pm 2	1744 \pm 24	953 \pm 95	55 \pm 3	2882 \pm 100	1858 \pm 359	0,64 \pm 0,13
TD 08-17	111 \pm 2	1676 \pm 29	953 \pm 95	54 \pm 3	2794 \pm 102	2500 \pm 469	0,89 \pm 0,17
TD 08-16	112 \pm 4	1826 \pm 46	953 \pm 95	53 \pm 3	2945 \pm 112	2719 \pm 525	0,92 \pm 0,18
TD 08-15	123 \pm 3	1903 \pm 43	886 \pm 89	51 \pm 3	2962 \pm 105	1854 \pm 511	0,63 \pm 0,17
TD 08-14	119 \pm 3	1898 \pm 33	886 \pm 89	51 \pm 3	2953 \pm 98	1569 \pm 380	0,53 \pm 0,13
TD 08-13*	104 \pm 3	1725 \pm 43	886 \pm 89	50 \pm 3	2765 \pm 105	2092 \pm 313	0,76 \pm 0,12

Tableau 3.8. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons TD 08-13 à TD 08-19 prélevés dans le niveau TD6. Entre parenthèses et en italique, les doses γ de laboratoire. En gras, les doses γ de terrain (dosimètres TL). (*) Position des dosimètres TL

Compte tenu des caractéristiques lithologiques, le calcul de la dose annuelle des échantillons du sous-niveau TD6-3 a été réalisé en utilisant la dose γ du dosimètre TL placé au niveau de l'échantillon TD 08-13 et pour le reste des échantillons nous avons utilisé la dose γ du dosimètre TL placé au niveau de l'échantillon TD 08-18. La teneur en radioéléments est très homogène tout au long du niveau et donc, les doses annuelles sont très proches pour tous les échantillons.

Les échantillons TD 08-18 et TD 08-13 présentent un très bon ajustement des points expérimentaux à la courbe de régression et aucun point n'a été éliminé. Par contre, le reste des échantillons du niveau TD6 ont montré une grande dispersion des points et donc l'élimination de plusieurs points a été indispensable afin d'obtenir une dose équivalente pour ces échantillons (Annexe 2). Malgré l'élimination de plusieurs points expérimentaux, l'ajustement de la courbe de l'échantillon TD 08-15 n'est pas satisfaisant et donc la dose équivalente ainsi obtenue n'est pas recevable. C'est pourquoi cet échantillon ne doit pas être pris en compte lors du calcul d'âge du niveau.

Le niveau TD6 a donc livré sept âges : 0,77 \pm 0,32 Ma pour l'échantillon TD 08-19, 0,64 \pm 0,13 Ma pour l'échantillon TD 08-18, 0,89 \pm 0,17 Ma pour l'échantillon TD 08-17, 0,92 \pm 0,18 Ma pour l'échantillon TD 08-16, 0,63 \pm 0,17 Ma pour l'échantillon TD 08-15, 0,53 \pm 0,13 Ma pour l'échantillon TD 08-14 et 0,76 \pm 0,12 Ma pour l'échantillon TD 08-13.

1.5. Niveau TD7

1.5.1. Échantillonnage

Deux échantillons ont été prélevés dans l'unité TD7 où l'inversion Brunhes-Matuyama a été observée. Le premier échantillon (TD 08-20) a été pris à la base de l'unité entre le prélèvement

n°41 de luminescence effectué en 1997 (Berger et al., 2008) à gauche et le prélèvement réalisé en 2007 pour une datation cosmogénique à droite. Trente centimètres au dessus de ce dernier échantillon, nous avons prélevé l'échantillon TD 08-21.

1.5.2. Résultats

Les données radiométriques et dosimétriques obtenues pour les échantillons TD 08-21 et TD 08-20 sont présentées dans les tableaux 3.9 et 3.10.

Échantillon	²³⁸ U (ppm)	²³² Th (ppm)	K (%)	Teneur en eau (%)	Profondeur relative (cm)	Blanchiment (%)
TD 08-21	2,644 ± 0,135	7,453 ± 0,202	1,130 ± 0,021	10	1038	57
TD 08-20*	2,245 ± 0,106	7,890 ± 0,165	1,251 ± 0,017	10	1068	58

Tableau 3.9. Données radiométriques des échantillons TD 08-21 et TD 08-20 prélevés dans le niveau TD7

Échantillon	D _α (μGy/a)	D _β (μGy/a)	D _γ (μGy/a)	D _{cos} (μGy/a)	d _a (μGy/a)	D _E (Gy)	Âge (Ma)
TD 08-21	66 ± 3	1173 ± 33	920 ± 92	59 ± 3	2219 ± 101	2303 ± 421	1,04 ± 0,20
TD 08-20*	63 ± 2	1216 ± 26	920 ± 92	58 ± 3	2256 ± 98	1875 ± 334	0,83 ± 0,15

Tableau 3.10. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons TD 08-21 et TD 08-20 prélevés dans le niveau TD7. En gras, les doses γ de terrain. (*) Position du dosimètre TL

Les caractéristiques lithologiques du niveau sont homogènes tout au long de cette couche est la dose γ calculée à partir du dosimètre TL placé au niveau de l'échantillon TD 08-20 a été utilisée pour réaliser le calcul de la dose annuelle des deux échantillons prélevés dans le niveau TD7. Les échantillons TD 08-20 et TD 08-21 ne présentent pas de points aberrants et donc l'ajustement des points expérimentaux à la courbe de régression est très bonne (Annexe 2).

Les âges livrés pour ces échantillons sont les suivants : 1,04 ± 0,20 Ma pour l'échantillon TD 08-21 et 0,83 ± 0,15 Ma pour l'échantillon TD 08-20.

1.6. Niveau TD8

1.6.1. Échantillonnage

TD8 est une unité de 3 m d'épaisseur constituée par des *debris flow* de graviers et de blocs presque sans matrice (Pérez-González et al., 2001). Trois échantillons ont été pris dans cette unité : TD 08-22 à la base du niveau correspondant à la coulée n° 6 ; TD 08-23 à côté de l'échantillon n° 49 de luminescence prélevé en 1997 (Berger et al., 2008) et qui correspond à la

coulée n° 4 et TD 08-24 (coulée n° 3) qui se trouve 40 cm en dessous du niveau où disparaît *Mimomis savini* (Fig.3.7).

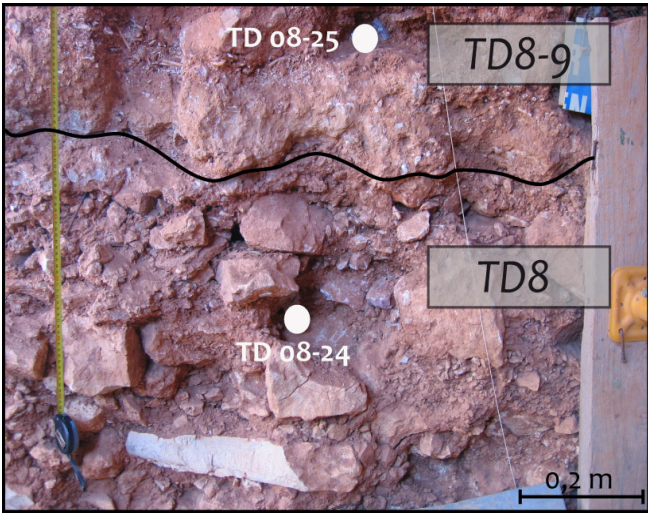


Figure. 3.7. Niveau TD8 et TD8-9: position des échantillons TD 08-24 et TD 08-25

1.6.2. Résultats

Les données radiométriques et dosimétriques obtenues pour les échantillons TD 08-24, TD 08-23 et TD 08-22 sont présentées dans les tableaux 3.11 et 3.12.

Échantillon	²³⁸ U (ppm)	²³² Th (ppm)	K (%)	Teneur en eau (%)	Profondeur relative (cm)	Blanchiment (%)
TD 08-24	2,042 ± 0,087	3,322 ± 0,120	0,422 ± 0,011	10	937	56
TD 08-23	7,236 ± 0,173	11,472 ± 0,235	1,602 ± 0,023	10	1005	55
TD 08-22	2,723 ± 0,146	8,289 ± 0,218	1,198 ± 0,022	10	753	56

Tableau 3.11. Données radiométriques des échantillons TD 08-24, TD 08-23 et TD 08-22 prélevés dans le niveau TD8

Échantillo n	D _α (μGy/a)	D _β (μGy/a)	D _γ (μGy/a)	D _{cos} (μGy/a)	d _a (μGy/a)	D _E (Gy)	Âge (Ma)
TD 08-24	40 ± 2	567 ± 19	(436 ± 16)	6 7 ± 3	1109 ± 25	890 ± 71	0,8 0 ± 0,0 7
TD 08-23	14 0 ± 3	207 1 ± 3 9	(155 6 ± 32)	6 2 ± 3	382 8 ± 51	875 ± 28 3	0,23 ± 0,0 7
TD 08-22	71 ± 3	124 3 ± 35	(882 ± 29)	8 3 ± 4	2279 ± 4 5	276 8 ± 37 4	1,21 ± 0,17

Tableau 3.12. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons TD 08-24, TD 08-23 et TD 08-22 prélevés dans le niveau TD8. En italique et entre parenthèses, les doses γ de laboratoire.

La teneur en radioéléments des échantillons du niveau TD8 montre une forte accumulation d’uranium au niveau de l’échantillon TD 08-23 qui semble être directement à l’origine de la forte

dose annuelle calculée pour cet échantillon ($3828 \pm 51 \mu\text{Gy/a}$). Par ailleurs, les faibles doses α , β et γ calculées pour l'échantillon TD 08-24 sont responsables des faibles doses annuelles de l'ensemble des échantillons de Gran Dolina. Le dernier échantillon du niveau TD8, TD 08-22, montre des teneurs en radioéléments cohérentes par rapport à la tendance générale du site. Chaque échantillon a été prélevé dans une coulée différente de *debris flow*. Cette hétérogénéité géologique peut être à l'origine des variations en radioéléments dans les sédiments.

Le point correspondant à la dose d'irradiation de 492 Gy de l'échantillon TD 08-23 montre une valeur d'intensité très basse par rapport à la dose d'irradiation reçue. Ce point a été éliminé lors du calcul de la dose équivalente de cet échantillon. L'échantillon TD 08-24 présente une dispersion des points expérimentaux qui ne permet pas d'ajuster une courbe de régression. Pour cela, les points correspondants aux doses 1419 Gy, 3520 Gy et 8650 Gy ont été également éliminés afin d'obtenir un meilleur ajustement des points à la courbe de régression (Annexe 2).

Un âge de $0,80 \pm 0,07$ Ma pour l'échantillon TD 08-24, $0,23 \pm 0,07$ Ma pour l'échantillon TD 08-23 et $1,21 \pm 0,17$ Ma pour l'échantillon TD 08-24 ont été déterminés.

1.7. Niveau TD8-9

1.7.1. Échantillonnage

Le niveau TD8-9 a été récemment défini et un seul échantillon (TD 08-25) a été prélevé dans cette unité (Fig. 3.7 et 3.8).

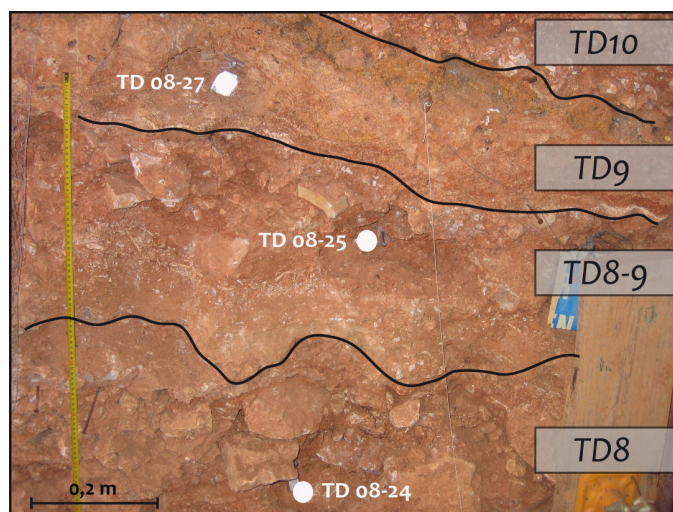


Figure. 3.8. Niveau TD8, TD8-9, TD9 et TD10: position des échantillons TD 08-25 à TD 08-27

1.7.2. Résultats

Les données radiométriques et dosimétriques obtenues pour l'échantillon TD 08-25 sont présentées dans les tableaux 3.13 et 3.14.

Échantillon	²³⁸ U (ppm)	²³² Th (ppm)	K (%)	Teneur en eau (%)	Profondeur relative (cm)	Blanchiment (%)
TD 08-25*	9,619 ± 0,208	7,836 ± 0,243	0,982 ± 0,022	10	887	60

Tableau 3.13. Données radiométriques de l'échantillon TD 08-25 prélevé dans le niveau TD8-9

Échantillon	D α (μ Gy/a)	D β (μ Gy/a)	D γ (μ Gy/a)	Dcos (μ Gy/a)	D a (μ Gy/a)	D e (Gy)	Âge (Ma)
TD 08-25*	152 ± 4	1865 ± 42	895 ± 90	71 ± 4	2983 ± 105	1632 ± 479	0,55 ± 0,16

Tableau 3.14. Données dosimétriques et chronologiques de l'échantillon TD 08-25 prélevé dans le niveau TD8-9. En gras, la dose γ de terrain. (*) Position du dosimètre TL.

La teneur en uranium de l'échantillon TD 08-25 est très élevée ce qui est logique puisqu'il a été prélevé dans un niveau très riche en restes fossiles, notamment de lapin. La dose γ a été mesurée à l'aide d'un dosimètre TL. Aucun point n'a été éliminé lors du calcul de la dose équivalente de l'échantillon TD 08-25 (Annexe 2). L'âge livré pour l'échantillon TD 08-25 est de $0,55 \pm 0,16$ Ma.

1.8. Niveau TD9

1.8.1. Échantillonnage

L'unité TD9 couvre, dans le secteur sud de la section de Gran Dolina, un remplissage vertical appelé *Cut and fill*. Deux échantillons ont été prélevés dans cette unité : le premier dans les limons du niveau TD9 (TD 08-27) (Fig. 3.8) et le deuxième dans le remplissage vertical (TD 08-26).

1.8.2. Résultats

Les données radiométriques et dosimétriques obtenues pour les échantillons TD 08-26 et TD 08-27 sont présentées dans les tableaux 3.15 et 3.16.

Échantillon	²³⁸ U (ppm)	²³² Th (ppm)	K (%)	Teneur en eau (%)	Profondeur relative (cm)	Blanchiment (%)
TD 08-27	3,568 ± 0,135	11,863 ± 0,214	1,521 ± 0,020	10	857	61
TD 08-26	4,163 ± 0,188	12,527 ± 0,297	1,629 ± 0,028	10	960	60

Tableau 3.15. Données radiométriques des échantillons TD 08-26 et TD 08-27 prélevés dans le niveau TD9

Échantillon	D_{α} ($\mu\text{Gy/a}$)	D_{β} ($\mu\text{Gy/a}$)	D_{γ} ($\mu\text{Gy/a}$)	D_{\cos} ($\mu\text{Gy/a}$)	d_a ($\mu\text{Gy/a}$)	D_E (Gy)	Âge (Ma)
TD 08-27	97 \pm 3	1617 \pm 32	(1187 \pm 27)	73 \pm 4	2974 \pm 42	1443 \pm 459	0,49 \pm 0,15
TD 08-26	107 \pm 4	1766 \pm 45	(1298 \pm 37)	65 \pm 3	3236 \pm 59	1665 \pm 314	0,51 \pm 0,10

Tableau 3.16. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons TD 08-26 et TD 08-27 prélevés dans le niveau TD9. Entre parenthèse et en italique, les doses γ de laboratoire.

La concentration en U, Th et K des échantillons du niveau TD9 suit la tendance générale observée pour le reste des échantillons de Gran Dolina, c'est-à-dire, des concentrations d'environ 3,5 ppm d'uranium, environ 11 ppm de thorium et 1,5 % de potassium. Les doses annuelles obtenues ont une valeur d'environ 3000 $\mu\text{Gy/a}$ qui correspond à la moyenne calculée pour l'ensemble des échantillons de Gran Dolina. Les doses équivalentes des échantillons TD 08-26 et TD 08-27 ont été calculées en prenant en compte tous les points expérimentaux lors du calcul (Annexe 2). Nous avons ainsi obtenu un âge de 0,51 \pm 0,10 Ma pour l'échantillon TD 08-26 et un âge de 0,49 \pm 0,15 Ma pour l'échantillon TD 08-27.

1.9. Niveau TD10

1.9.1. Échantillonnage

Dans l'unité TD10, subdivisée en quatre sous-niveaux de la base vers le sommet (TD10-4 à TD10-1), huit échantillons ont été prélevés :

- Un échantillon à la base de TD10-4 (TD 08-28)
- Deux échantillons dans TD10-3 : TD 08-29 à la base et TD 08-30 au sommet à côté du prélèvement n° 20 de luminescence (Berger et al., 2008) (Fig. 3.9).
- Deux échantillons dans TD10-2 : TD 08-31 à la base et TD 08-32 au sommet. Ce dernier échantillon a été pris dans un sol archéologique caractérisé par une accumulation de restes de bovidés et d'industrie lithique en silex.
- Trois échantillons dans TD10-1 : TD 08-33 à la base du niveau où quatre dents de chevaux ont été prélevées par C. Falguères pour une datation ESR/U-Th. Les échantillons TD 08-34 et TD 08-35 proviennent du sommet de ce niveau.

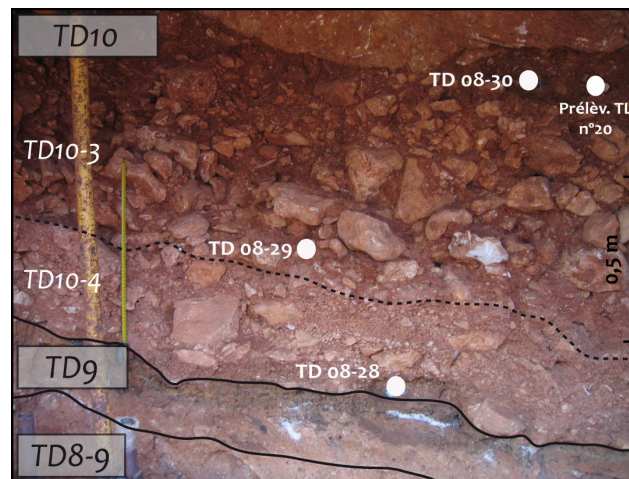


Figure. 3.9 Niveau TD10: position des échantillons TD 08-28, TD 08-29 et TD 08-30 et du prélèvement n° 20 de luminescence

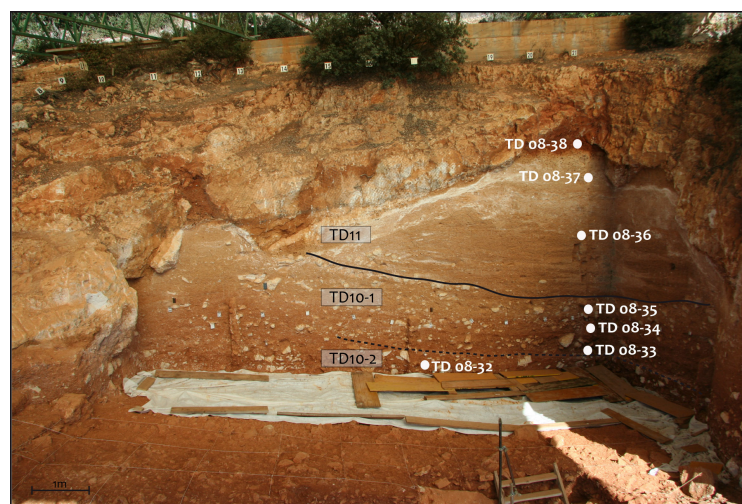


Figure. 3.10. Niveaux TD10 et TD11: position des échantillons TD 08-32 à TD 08-38.

1.9.2. Résultats

Les données radiométriques et dosimétriques obtenues pour les échantillons TD 08-28 à TD 08-34 sont présentées dans les tableaux 3.17 et 3.18.

Sous niveau	Échantillon	^{238}U (ppm)	^{232}Th (ppm)	K (%)	Teneur en eau (%)	Prof rel (cm)	Blanch (%)
TD10-1	TD 08-35*	1,287 ± 0,094	4,802 ± 0,140	0,735 ± 0,014	10	661	59
	TD 08-34	1,594 ± 0,079	5,23 ± 0,115	0,782 ± 0,011	10	693	64
	TD 08-33*	5,026 ± 0,153	13,01 ± 0,227	1,883 ± 0,023	10	739	63
TD10-2	TD 08-32	1,237 ± 0,053	2,477 ± 0,070	0,317 ± 0,006	10	779	55
	TD 08-31	5,237 ± 0,150	13,265 ± 0,227	1,733 ± 0,022	10	629	54
TD10-3	TD 08-30	7,510 ± 0,187	6,917 ± 0,231	1,010 ± 0,023	10	802	57
	TD 08-29	3,812 ± 0,345	15,50 ± 0,569	1,957 ± 0,054	10	870	58
TD10-4	TD 08-28	5,304 ± 0,131	9,967 ± 0,190	1,317 ± 0,018	10	891	51

Tableau 3.17. Données radiométriques des échantillons TD 08-28 à TD 08-34 prélevés dans le niveau TD10

Échantillon	D_{α} ($\mu\text{Gy/a}$)	D_{β} ($\mu\text{Gy/a}$)	D_{γ} ($\mu\text{Gy/a}$)	D_{\cos} ($\mu\text{Gy/a}$)	d_a ($\mu\text{Gy/a}$)	D_E (Gy)	Âge (Ma)
TD 08-35*	120 \pm 3	2036 \pm 36	637 \pm 63	85 \pm 4	2878 \pm 79	1058 \pm 214	0,37 \pm 0,15
TD 08-34	120 \pm 3	2036 \pm 36	637 \pm 63	85 \pm 4	2878 \pm 79	1037 \pm 271	0,36 \pm 0,09
TD 08-33*	120 \pm 3	2036 \pm 36	637 \pm 63	85 \pm 4	2878 \pm 79	1460 \pm 116	0,51 \pm 0,04
TD 08-32	120 \pm 3	2036 \pm 36	637 \pm 63	85 \pm 4	2878 \pm 79	1066 \pm 197	0,37 \pm 0,07
TD 08-31	124 \pm 3	1968 \pm 35	(1459 \pm 29)	98 \pm 5	3649 \pm 46	1380 \pm 63	0,38 \pm 0,02
TD 08-30	122 \pm 3	1629 \pm 40	(1263 \pm 33)	78 \pm 4	3093 \pm 52	1409 \pm 335	0,46 \pm 0,11
TD 08-29	116 \pm 7	1998 \pm 85	(1459 \pm 70)	72 \pm 4	3645 \pm 110	1716 \pm 268	0,47 \pm 0,06
TD 08-28	109 \pm 2	1641 \pm 30	(1237 \pm 25)	70 \pm 4	3058 \pm 39	670 \pm 90	0,22 \pm 0,03

Tableau 3.18. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons TD 08-28 à TD 08-34 prélevés dans le niveau TD10. Entre parenthèse et en italique, les doses γ de laboratoire. En gras, les doses γ de terrain. (*) Position du dosimètre TL

La teneur en radioéléments des échantillons TD 08-34 et TD 08-32 est plus faible (environ 1,5 ppm d'uranium) que la teneur mesurée pour les échantillons du niveau TD10 (concentration d'uranium supérieur à 4 ppm). Cette perte apparente en radioéléments peut être liée un lessivage récent et donc la dose annuelle calculée pour ces échantillons n'est pas représentative de l'histoire du niveau. Un dosimètre TL a été placé au niveau de l'échantillon TD 08-33 et la dose γ de terrain ainsi mesurée a été utilisée lors du calcul de la dose annuelle de cet échantillon. Enfin, cette dose annuelle, plus représentative du niveau, a également été utilisée lors du calcul des échantillons TD 08-34 et TD 08-32.

Les échantillons TD 08-28, TD 08-33 et TD 08-34 montrent une dispersion des points ce qui a rendu nécessaire d'éliminer quelques points lors du calcul de la dose équivalente (Annexe 2). Les âges calculés pour le niveau TD10 sont les suivants : 0,33 \pm 0,10 Ma pour TD 08-28, 0,47 \pm 0,06 Ma pour TD 08-29, 0,46 \pm 0,11 Ma pour TD 08-30, 0,38 \pm 0,02 Ma pour TD 08-31, 0,37 \pm 0,07 Ma pour TD 08-32, 0,57 \pm 0,07 Ma pour TD 08-33 et 0,36 \pm 0,09 Ma pour TD 08-34.

1.10. Niveau TD11 et Terra-Rossa

1.10.1. Échantillonnage

Trois échantillons ont été prélevés dans cette partie terminale du remplissage karstique : TD 08-35 à la base, TD 08-36 à côté du prélèvement de luminescence n°33 et TD 08-37 qui provient du même niveau que le prélèvement de luminescence n°37 (Berger et al., 2008).

Des dépôts résiduels de Terra-Rossa remplissent les ouvertures et les diaclases de calcaires du toit de Gran Dolina. Le dernier échantillon, TD 08-38 a été prélevé dans ces dépôts à côté du prélèvement n°13 (Berger et al., 2008) (Fig. 3.10).

1.10.2. Résultats

Les données radiométriques et dosimétriques obtenues pour les échantillons TD 08-35 à TD 08-38 sont présentées dans les tableaux 3.19 et 3.20.

Échantillon	²³⁸ U (ppm)	²³² Th (ppm)	K (%)	Teneur en eau (%)	Profondeur relative (cm)	Blanchiment (%)
TD 08-38	3,187 ± 0,195	14,728 ± 0,322	1,615 ± 0,028	10	266	49
TD 08-37	1,718 ± 0,086	6,805 ± 0,128	1,022 ± 0,013	10	425	
TD 08-36	2,458 ± 0,117	9,044 ± 0,181	1,469 ± 0,019	10	545	59

Tableau 3.19. Données radiométriques des échantillons TD 08-35 à TD 08-38 prélevés dans le niveau TD11 et la Terra Rossa

Échantillon	D _α (μGy/a)	D _β (μGy/a)	D _γ (μGy/a)	D _{cos} (μGy/a)	d _a (μGy/a)	D _E (Gy)	Âge (Ma)
TD 08-38	105 ± 4	1691 ± 46	(1290 ± 39)	168 ± 8	3254 ± 61	465 ± 87	0,14 ± 0,03
TD 08-37	52 ± 2	987 ± 21	(680 ± 17)	131 ± 7	1851 ± 27		
TD 08-36	71 ± 2	1403 ± 29	(945 ± 249)	110 ± 6	2530 ± 37	1896 ± 363	0,75 ± 0,14

Tableau 3.20. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons TD 08-35 à TD 08-38 prélevés dans le niveau TD11 et la Terra Rossa. Entre parenthèse et en italique, les doses γ de laboratoire. En gras, les doses γ de terrain. (*) Position du dosimètre TL

La teneur en radioéléments ainsi que les doses observés pour ces deux niveaux présentent les mêmes caractéristiques globales que celles des niveaux inférieurs. La dose équivalente des échantillons TD 08-35 et TD 08-a été calculée suivant une fonction SSE+LIN 2 sans élimination de points expérimentaux. Le point correspondant à la dose 2266 Gy a dû être éliminé afin de pouvoir calculer une dose équivalente plus juste pour l'échantillon TD 08-36 où (Voir Annexe 2). Enfin, lors du calcul de la D_E de l'échantillon TD 08-37 nous avons rencontré le même problème sur le signal ESR que pour les échantillons du niveau TD5 et donc, la dose équivalente de cet échantillon n'a pas pu être calculée.

L'échantillon TD 08-35 a livré un âge de 0,37 ± 0,15 Ma, l'échantillon TD 08-36 a été daté de 0,75 ± 0,14 Ma et enfin, l'âge obtenu pour l'échantillon TD 08-38 (Terra Rossa) est 0,14 ± 0,03 Ma.

1.11. Partie basale sud de Gran Dolina (TD S)

La partie basale de Gran Dolina est subdivisée en deux séquences nommées « Nord » et « Sud » par rapport à leur position géographique séparées par une paroi calcaire. La corrélation entre les deux remplissages n'est pas évidente, par exemple, les graviers et les blocs calcaires provenant de la chute de TD2, ne sont pas présents sur le côté sud (Pérez-González et al., 2001).

1.11.1. Échantillonnage

Cette section sud a été donc prélevée dans le but d'essayer de répondre aux différentes questions posées à propos de son organisation interne par rapport à la section nord. Quatre échantillons y ont été pris nommés, de la base au sommet : TD S 08-01 (sous le spéléothème ; faciès d'intérieur), TD S 08-02, TD S 08-03 et TD S 08-04.

1.11.2. Résultats

Les données radiométriques et dosimétriques obtenues pour les échantillons TD S 08-01 à TD S 08-04 sont présentées dans les tableaux 3.21 et 3.22.

Échantillon	²³⁸ U (ppm)	²³² Th (ppm)	K (%)	Teneur en eau (%)	Profondeur relative (cm)	Blanchiment (%)
TD S 08-04*	4,390 ± 0,181	8,895 ± 0,256	1,450 ± 0,027	10	1362	56
TD S 08-03	7,163 ± 0,180	8,310 ± 0,235	1,217 ± 0,024	10	1460	57
TD S 08-02*	2,267 ± 0,174	9,048 ± 0,272	1,483 ± 0,029	10	1561	51
TD S 08-01	2,947 ± 0,170	10,919 ± 0,272	2,035 ± 0,030	10	1714	51

Tableau 3.21. Données radiométriques des échantillons TD S 08-01 à TD S 08-04 prélevés dans la partie basale sud de Gran Dolina

Échantillon	D _α (μGy/a)	D _β (μGy/a)	D _γ (μGy/a)	D _{cos} (μGy/a)	d _a (μGy/a)	D _E (Gy)	Âge (Ma)
TD S 08-04*	94 ± 3	1604 ± 43	765 ± 77	43 ± 2	2505 ± 94	1971 ± 541	0,79 ± 0,22
TD S 08-03	125 ± 3	1752 ± 40	800 ± 80	40 ± 2	2716 ± 95	2099 # 540	0,77 ± 0,17
TD S 08-02*	68 ± 3	1391 ± 44	840 ± 84	36 ± 2	2336 ± 101	2357 ± 631	1,01 ± 0,27
TD S 08-01	85 ± 3	1861 ± 44	800 ± 80	33 ± 2	2779 ± 98	1521 ± 253	0,55 ± 0,08

Tableau 3.22. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons TD S 08-01 à TD S 08-04 prélevés dans la partie basale sud de Gran Dolina. En gras, les doses γ de terrain. (*) Position du dosimètre TL

Deux dosimètres TL ont été posés au niveau des échantillons TD S 08-02 et TD S 08-04 donnant de doses γ de 765 μGy/a et 840 μGy/a respectivement. Ces doses sont très proches et ont été considérées comme représentatives de la partie basale sud de Gran Dolina. Lors du calcul

de la dose annuelle des échantillons (TD S 08-01 et TD S 08-03) où aucun dosimètre n'avait été placé nous avons utilisé une dose γ moyenne (800 $\mu\text{Gy/a}$) à partir des deux doses γ de terrain.

L'échantillon TD S 08-04 montre un point correspondant à la dose 328 Gy avec une intensité ESR très forte ce qui a rendu nécessaire son élimination afin d'obtenir un meilleur ajustement des points expérimentaux à la courbe (Annexe 2).

Les âges obtenus pour cette partie de Gran Dolina sont les suivants : $0,79 \pm 0,22$ Ma pour TD S 08-04, $0,77 \pm 0,17$ Ma pour TD S 08-03, $1,01 \pm 0,27$ Ma pour TD S 08-02 et $0,55 \pm 0,08$ Ma pour TD S 08-01.

1.12. Conclusion du site de Gran Dolina

Les résultats obtenus pour l'ensemble des échantillons prélevés dans le site de Gran Dolina sont résumés dans la figure 3.11.

Dans cette figure, les âges calculés pour chaque échantillon ont été représentés par rapport à la profondeur du prélèvement. Les échantillons provenant de la partie sud du site sont corrélés altimétriquement dans les niveaux TD3-4 et TD5. Néanmoins, malgré une stratégie de prélèvements du bas vers le haut, la complexité stratigraphique de certains niveaux (notamment TD8), les différents endroits de prélèvements choisis en fonction de la facilité d'accès à la coupe et un pendage généralisé des couches vers le sud géographique font que plusieurs échantillons provenant de différents niveaux stratigraphiques sont placés à la même profondeur relative. Par exemple, l'échantillon TD 08-31 (base de TD10-2) a été prélevé en dessous des échantillons TD 08-32, TD 08-33, TD 08-34 et TD 08-35 (sommet de TD10-2 et TD10-1). Ces quatre échantillons ont été prélevés dans la partie sud de TD10 alors que l'échantillon TD 08-31 a été pris dans la partie nord, altimétriquement plus élevée à cause du pendage du niveau. La stricte mesure topographique réalisée sur cet échantillon le positionne donc au dessus de TD 08-35 mais sa vraie position est à la base du sous-niveau TD10-2. Le pendage est également à l'origine de la position plus élevée de l'échantillon TD 08-27 (TD9) par rapport à l'échantillon TD 08-29 (TD10). Cela peut compliquer la lecture de la figure 3.11 et c'est pourquoi nous avons rassemblé les échantillons par niveaux malgré l'intercalation de certains échantillons non calés altimétriquement.

Les résultats de Gran Dolina suivent une tendance générale de croissance de l'âge en fonction de la profondeur mais certains échantillons sortent de cette orientation créant des points dispersés dans le graphique. L'observation en détail des données radiométriques et ESR de ces échantillons montre qu'ils présentent systématiquement des problèmes ce qui expliquerait les anomalies chronologiques. De la base vers le sommet, on rencontre ainsi les échantillons TD 08-01bis, TD 08-02, TD 08-04, TD 08-07, TD 08-15, TD 08-22, TD 08-23 et TD 08-36.

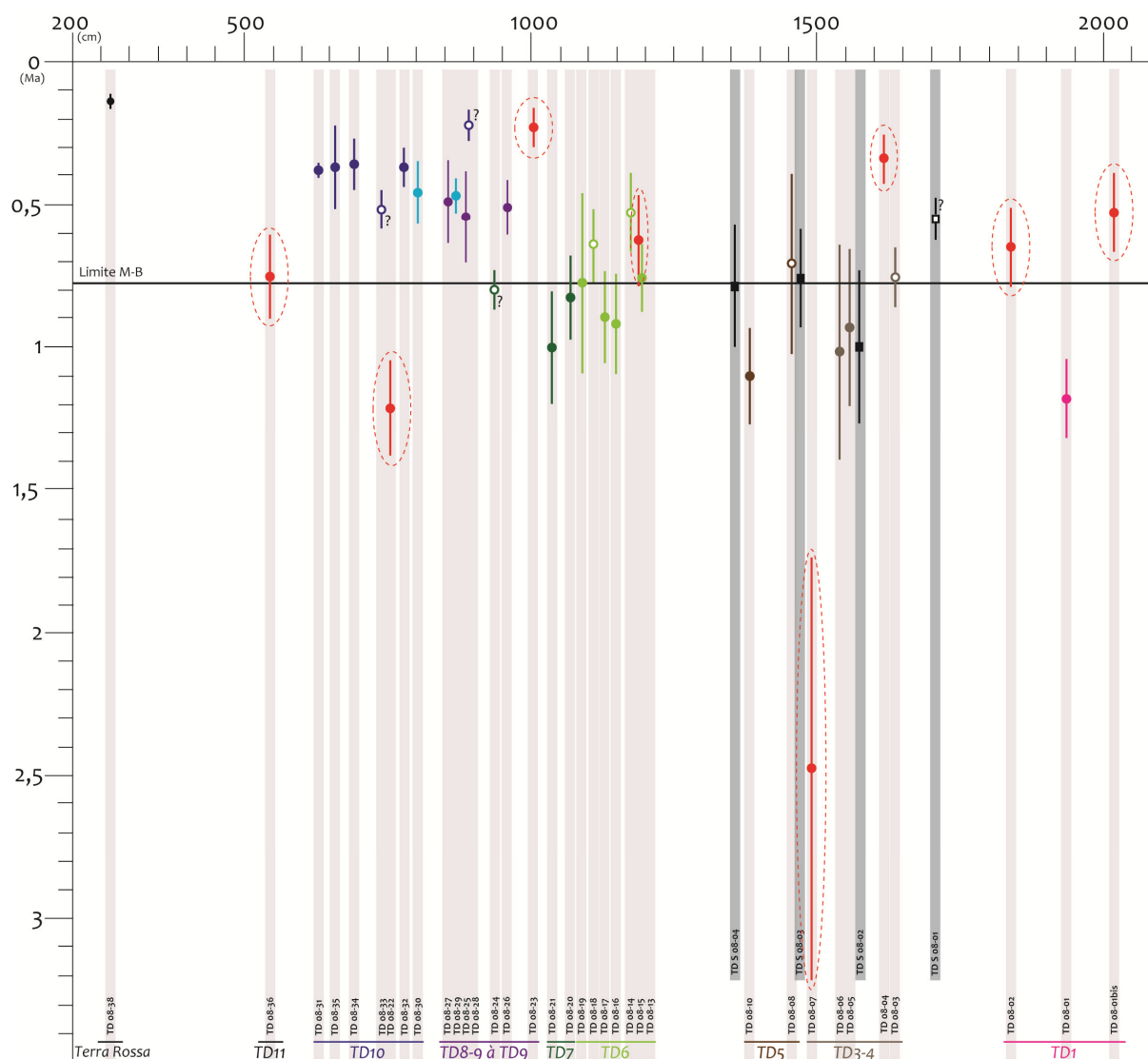


Figure. 3.11 Représentation des résultats obtenus pour le site de Gran Dolina par rapport à la profondeur du prélèvement. En rouge et entourés d'un cercle en pointillé, les échantillons éliminés à cause des problèmes radiométriques rencontrés. Les carrés noirs correspondent aux échantillons de la partie basale Sud de Gran Dolina.

L'échantillon TD 08-01bis montre une très faible dose équivalente qui n'est pas représentative du niveau qui le contient et qui fait rajeunir considérablement l'âge. Par contre, le problème de l'échantillon TD 08-02 est la faible dose γ mesurée sur le terrain. La teneur en radioéléments est élevée et donc la dose γ devrait également être élevée. Il est possible qu'une erreur de mesure *in situ* ait faussé la lecture de la dose γ . L'échantillon TD 08-04 présente une dose équivalente très faible par rapport à celles obtenues pour les échantillons du même niveau alors que TD 08-07 a une très faible dose annuelle due à une teneur en radioéléments très basse. L'âge obtenu et l'incertitude extrêmement élevée de cet échantillon démontrent que cet échantillon ne doit pas être pris en compte.

Dans le cas de TD 08-15, malgré l'élimination des points expérimentaux aberrants, l'allure de la courbe ne permet pas un bon ajustement et donc nous avons considéré que cet échantillon n'est pas recevable. Les échantillons TD 08-22 et TD 08-23 appartiennent au niveau TD8 et ils présentent respectivement une très forte dose équivalente et une très forte dose annuelle (teneur en radioéléments presque 4 fois plus élevée que le reste des échantillons du niveau). Enfin, l'échantillon TD 08-36 montre un rapport radiométrique et une courbe de régression normaux mais l'âge obtenu pour cet échantillon n'est pas correct d'un point de vue stratigraphique.

2. Le site de PENAL (TP)

2.1. Échantillonnage

Compte tenu des caractéristiques lithologiques générales de la séquence stratigraphique du site de Trinchera Penal (niveaux de brèches très indurés constitués de grands blocs sans matrice), l'échantillonnage n'a pas été facile et un seul échantillon a pu être prélevé (TP 08-01). Celui-ci a été pris dans le niveau TP9 constitué par un conglomérat et d'abondants limons (Partie I, Chapitre 2).

2.2. Résultats

Les données radiométriques et dosimétriques obtenues pour l'échantillon TP 08-01 sont présentées dans les tableaux 3.23 et 3.24.

Échantillon	^{238}U (ppm)	^{232}Th (ppm)	K (%)	Teneur en eau (%)	Profondeur relative (cm)	Blanchiment (%)
TP 08-01	1,817 ± 0,076	5,829 ± 0,115	0,753 ± 0,011	10	130	

Tableau 3.23. Données radiométriques de l'échantillon TP 08-01 prélevé dans Trinchera Penal

Échantillon	D_α ($\mu\text{Gy/a}$)	D_β ($\mu\text{Gy/a}$)	D_γ ($\mu\text{Gy/a}$)	D_{cos} ($\mu\text{Gy/a}$)	d_a ($\mu\text{Gy/a}$)	D_E (Gy)	Âge (Ma)
TP 08-01	48 ± 1	805 ± 18	325 ± 33	209 ± 10	1388 ± 40		

Tableau 3.24. Données dosimétriques et chronologiques de l'échantillon TP 08-01 prélevé dans Trinchera Penal. En gras, les doses γ de terrain (spectromètre portable).

La teneur en radioéléments de l'échantillon TP 08-01 est légèrement plus faible que celle que nous avons obtenue pour la plupart des échantillons de Gran Dolina mais elle est voisine de

celle obtenue pour les échantillons TD 08-08 et TD 08-09. La dose γ mesurée sur le terrain à l'aide du spectromètre portable est très faible par rapport aux doses mesurées sur le site de Gran Dolina. Compte tenu de la faible profondeur d'échantillonnage, la dose cosmique est relativement élevée.

Les spectres ESR obtenus pour les différents aliquotes de l'échantillon TP 08-01 ont montré la même déformation que celles rencontrées pour les échantillons TD 08-09, TD 08-11 et TD 08-12 dans le niveau TD5 et pour l'échantillon TD 08-37 dans le niveau TD11. La D_E de l'échantillon prélevé dans le site de Penal n'a donc pas pu être calculée. De ce fait, aucun âge n'a été calculé pour le site de Trinchera Penal.

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

CHAPITRE 7

Les vallées fluviales

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Les systèmes de terrasses alluviales fossiles de l'Arlanzón, de l'Arlanza et du Pico ont fait l'objet de deux campagnes de prélèvements (2005 et 2008) afin d'en réaliser l'étude géochronologique.

La stratégie de prélèvement suivie a été guidée par l'état de conservation des nappes alluviales dans ces trois vallées. Les nappes bien conservées ont ainsi été systématiquement échantillonnées. Les niveaux sableux rencontrés dans ces dépôts fluviaux ont été privilégiés pour l'échantillonnage qui s'est accompagné d'une mesure de spectrométrie gamma *in situ*.

La présentation des prélèvements effectués lors de ces deux campagnes ainsi que les résultats obtenus pour l'ensemble des échantillons est faite ci-dessous, de la plus haute vers la plus basse. Dans les tableaux de données radiométriques la profondeur relative de l'échantillon est exprimée par rapport avec le sommet actuel de la nappe.

Une étude détaillée des contextes géomorphologiques et géologiques des trois vallées fluviales est présentée dans la PARTIE I, Chapitre 3.

1. La vallée de l'Arlanzón (T_{AZN})

L'Arlanzón est caractérisé par une vallée asymétrique avec un système de terrasses étagées développé sur le versant droit et une suite des falaises et d'escarpements sur le versant gauche

(Benito-Calvo & Pérez-González, 2002). Ce système de terrasses a été précédemment prélevé par J.M. Parés afin d'effectuer des analyses paléomagnétiques. Les résultats obtenus indiquent une polarité normale pour la nappe T_{5AZN} (+50-54 m) et une polarité inverse pour la base de la T_{4AZN} (+60-67 m) et normale au sommet (J.M. Parés dans (Benito-Calvo et al., 2008)) permettant de placer la limite Matuyama-Brunhes à l'intérieure de cette dernière.

C. Falguères et M. Duval, lors d'une campagne de prélèvement effectuée en 2005, ont prélevé les nappes T_{5AZN} (+50-54 m), T_{4AZN} (+60-67 m) et T_{3AZN} (+70-78 m) afin de réaliser des analyses géochronologiques par ESR sur quartz. Un ensemble de 5 échantillons a ainsi été obtenu et utilisé dans le cadre de ce travail. En juillet 2008, cinq échantillons ont été prélevés sur les nappes T_{5AZN} (+50-54 m), T_{8AZN} (+26-35 m) et T_{11AZN} (+12-13 m). Dix échantillons ont ainsi été pris dans la vallée de l'Arlanzón correspondant à cinq nappes différentes.

1.1. Nappe T_{3AZN} (+70-78 m)

1.1.1. Échantillonnage

La nappe T_{3AZN}, caractérisée par de dépôts de graves quartzitiques et d'argiles rouges, a été prélevée en 2005. Un seul échantillon a été prélevé, en rive gauche de la vallée : AZN 05-05 et une mesure gamma *in situ* y a été aussi réalisée.

1.1.2. Résultats

Les données radiométriques et dosimétriques obtenues pour l'échantillon AZN 05-05 sont présentées dans les tableaux 3.25 et 3.26.

Échantillon	²³⁸ U (ppm)	²³² Th (ppm)	K (%)	Teneur en eau (%)	Profondeur relative (cm)	Blanchiment (%)
AZN 05-05	1,550 ± 0,089	6,414 ± 0,136	0,949 ± 0,013	10	200	52

Tableau 3.25. Données radiométriques de l'échantillon AZN 05-05 prélevé dans la nappe T_{3AZN} (+70-78 m) de l'Arlanzón.

Échantillon	D _α (μGy/a)	D _β (μGy/a)	D _γ (μGy/a)	D _{cos} (μGy/a)	d _a (μGy/a)	D _E (Gy)	Âge (Ma)
AZN 05-05	78 ± 3	935 ± 22	750 ± 75	180 ± 9	1943 ± 80	2121 ± 452	1,09 ± 0,24

Tableau 3.26. Données dosimétriques et chronologiques de l'échantillon AZN 05-05 prélevé dans la nappe T_{3AZN} (+70-78 m) de l'Arlanzón.

Les données radiométriques du sédiment de la nappe T_{3AN} montrent des teneurs en radioéléments habituellement rencontrées dans les sédiments fluviaux de la région (Tableau 3.26).

Le calcul de la dose équivalente de cet échantillon a été réalisé en éliminant les points expérimentaux correspondant aux doses d'irradiation de 346 Gy, 1087 Gy et 5525 Gy qui présentent des valeurs d'intensité trop bas par rapport à la dose reçue (Annexe 2).

Cet échantillon donne un âge de 1.09 ± 0.24 Ma.

1.2. Nappe T_{4AZN} (+60-67 m)

1.2.1. Échantillonnage

La nappe T_{4AZN} est constituée par des barres de graves quartzitiques intercalées avec quelques niveaux limono-sableux (Fig. 3.12). En 2005, ces niveaux limono-sableux ont été échantillonnés (AZN 05-03 et AZN 05-04) au niveau d'un affleurement (rive gauche) qui n'est plus accessible aujourd'hui et où aucune mesure gamma *in situ* n'a pu être réalisée. Cette nappe a également été prélevée par J.M. Parés pour effectuer des analyses paléomagnétiques qui ont révélé que la polarité de la base des dépôts était inverse (Benito-Calvo et al., 2008).

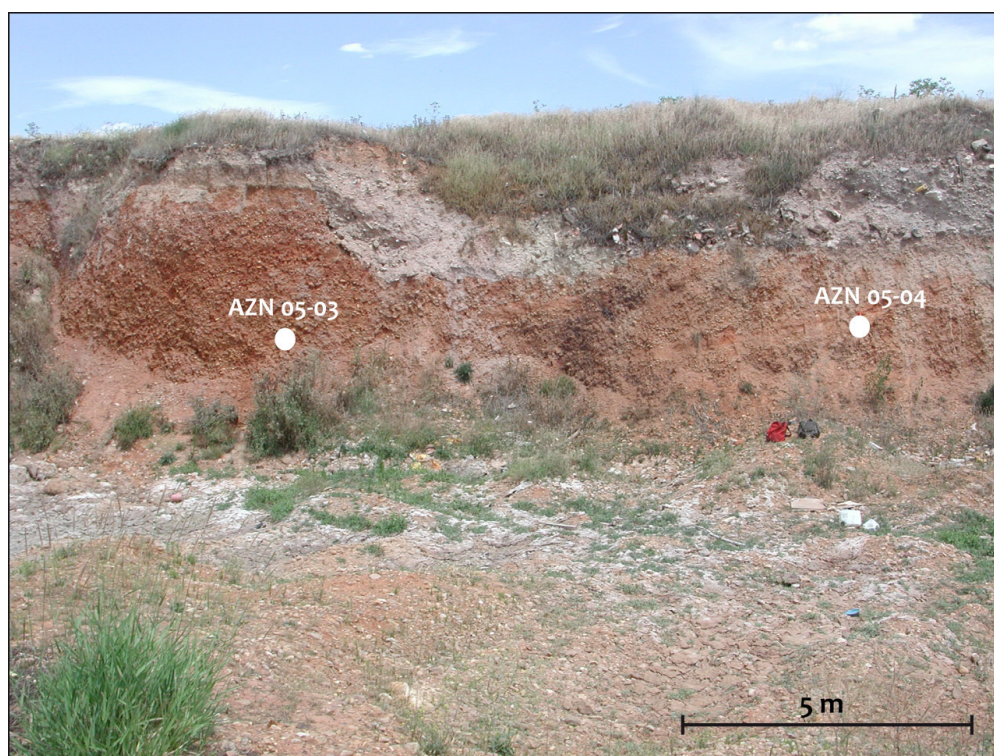


Figure 3.12. Nappe T_{4AZN} (+60-67 m): Position des échantillons AZN 05-03 et AZN 05-04

1.2.2. Résultats

Les données radiométriques et dosimétriques obtenues pour l'échantillon AZN 05-04 et AZN 05-03 sont présentées dans les tableaux 3.27 et 3.28.

Échantillon	²³⁸ U (ppm)	²³² Th (ppm)	K (%)	Teneur en eau (%)	Profondeur relative (cm)	Blanchiment (%)
AZN 05-04	1,768 ± 0,097	7,424 ± 0,153	1,319 ± 0,016	10	200	55
AZN 05-03	2,078 ± 0,102	7,782 ± 0,157	1,575 ± 0,018	10	200	58

Tableau 3.27. Données radiométriques des échantillons AZN 05-04 et AZN 05-03 prélevés dans la nappe T4AZN (+60-67 m) de l'Arlanzón.

Échantillon n	D _α (μGy/a)	D _β (μGy/a)	D _γ (μGy/a)	D _{cos} (μGy/a)	d _a (μGy/a)	D _E (Gy)	Âge (Ma)
AZN 05-04	12 ± 4 4	1251 ± 25	(775 ± 20))	18 ± 9 0	233 ± 3 0 4	1823 ± 55 4	0,7 ± 0,2 8 4
AZN 05-03	60 ± 2	140 ± 2 4 6	(87 ± 21) 7	18 ± 9 0	2521 ± 35	235 ± 511 0	0,9 ± 0,2 3 0

Tableau 3.28. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons AZN 05-04 et AZN 05-03 prélevés dans la nappe T4AZN (+60-67 m) de l'Arlanzón. Entre parenthèses et en italique les D_γ obtenues en laboratoire.

La teneur en radioéléments de ces deux échantillons est très homogène et les doses annuelles calculées pour les échantillons AZN 05-04 et AZN 05-03 sont voisines (Tableau 3.27).

Ces échantillons présentent des coefficients de blanchiment assez voisins ce qui semble indiquer des conditions similaires de blanchiment (mode et durée d'exposition lors du transport et après le dépôt) pour les deux échantillons (Tableau 3.28). Le calcul de la D_E de l'échantillon AZN 05-04 a été difficile puisque la courbe ne passait pas par le point naturel. Le point correspondant à la dose de 12800 Gy de l'échantillon AZN 05-04 montre une intensité très élevée par rapport au reste des points ainsi qu'une marge d'erreur beaucoup plus importante et donc nous avons décidé de l'éliminer (Annexe 2).

Les deux échantillons délivrent des âges relativement proches : 0,93 ± 0,20 Ma pour AZN 05-03 et 0,78 ± 0,24 Ma pour AZN 05-04.

1.3. Nappe T5AZN (+50-54 m)

1.3.1. Échantillonnage

Les dépôts de la nappe T5AZN ont été observés grâce à son exploitation en gravière. Ces dépôts sont composés par des barres de graves et des petits chenaux de sables grossiers et

moyens. L'ensemble a été déformé plastiquement et les galets sont imbriqués suivant cette déformation. Les études paléomagnétiques effectuées par J.M. Parés ont révélé une polarité normale pour cette terrasse (Benito-Calvo et al., 2008). Parallèlement à ce travail, quelques échantillons de graves sans matrice ont été aussi prélevés pour faire des analyses cosmogéniques (D.E. Granger).

Les niveaux sableux de ce dépôt ont été échantillonnés à deux endroits: AZN 08-05 à 8,30 m par rapport au sommet actuel et AZN 08-06 latéralement à plusieurs mètres du premier échantillon. Les coordonnées UTM de la gravière sont $x = 0459439$ et $y = 4688018$ (Fig. 3.13).

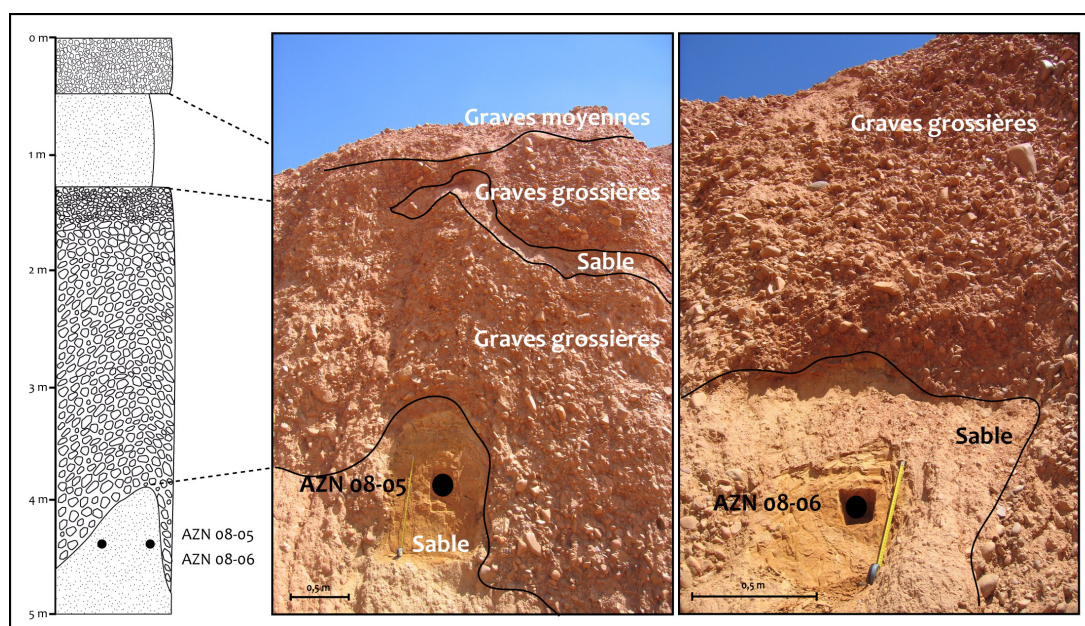


Figure 3.13. Nappe T_{5AZN} (+50-54 m): Position des échantillons AZN 08-05 et AZN 08-06

En 2005, deux premiers échantillons (AZN 05-01 et AZN 05-02) avaient déjà été extraits de cette gravière (Fig 3.14).

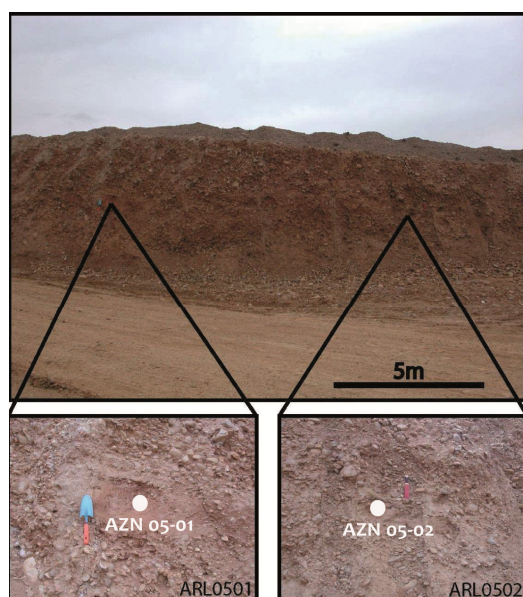


Figure 3.14. Nappe T_{5AZN} (+50-54 m): Position des échantillons AZN 05-01 et AZN 05-02

1.3.2. Résultats

Les données radiométriques et dosimétriques obtenues pour les échantillons AZN 05-01, AZN 05-02, AZN 08-05 et AZN 08-06 sont présentées dans les tableaux 3.29 et 3.30.

Échantillon	^{238}U (ppm)	^{232}Th (ppm)	K (%)	Teneur en eau (%)	Profondeur relative (cm)	Blanchiment (%)
AZN 05-01	2,958 ± 0,093	7,737 ± 0,132	1,381 ± 0,014	10	800	54
AZN 05-02	3,375 ± 0,110	10,173 ± 0,161	1,264 ± 0,015	10	800	52
AZN 08-05	3,971 ± 0,110	11,785 ± 0,169	1,811 ± 0,017	10	830	54
AZN 08-06	3,862 ± 0,124	11,059 ± 0,185	1,574 ± 0,019	10	830	59

Tableau 3.29. Données radiométriques des échantillons AZN 05-01, AZN 05-02, AZN 08-05 et AZN 08-06 prélevés dans la nappe T5_{AZN} (+50-54 m) de l'Arlanzón.

Échantillon	D _α (μGy/a)	D _β (μGy/a)	D _γ (μGy/a)	D _{cos} (μGy/a)	d _a (μGy/a)	D _E (Gy)	Âge (Ma)
AZN 05-01	115 ± 3	1408 ± 23	(921 ± 18)	77 ± 4	2522 ± 29	1523 ± 552	0,60 ± 0,22
AZN 05-02	87 ± 2	1395 ± 25	(1041 ± 21)	77 ± 4	2601 ± 33	1822 ± 531	0,70 ± 0,20
AZN 08-05	101 ± 2	1848 ± 27	1398 ± 140	75 ± 4	3422 ± 142		
AZN 08-06	99 ± 2	1700 ± 30	1440 ± 144	75 ± 4	3313 ± 147	2200 ± 419	0,66 ± 0,13

Tableau 3.30. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons AZN 05-01, AZN 05-02, AZN 08-05 et AZN 08-06 prélevés dans la nappe T5_{AZN} (+50-54 m) de l'Arlanzón. Entre parenthèses et en italique les doses γ obtenues en laboratoire.

On constate une légère variation entre la teneur en radioéléments des échantillons prélevés en 2005 et ceux prélevés en 2008 (Tableau 3.29). En effet, la teneur en U, Th et K est plus faible pour les échantillons AZN 05-01 et AZN 05-02 que pour les échantillons AZN 08-05 et AZN 08-06. Il faut signaler également que la dose γ des échantillons de 2005 a été mesurée en laboratoire tandis que celle des échantillons de 2008 a été mesurée *in situ* à l'aide d'un spectromètre portable.

Ces données radiométriques conduisent à des doses annuelles plus faibles pour les échantillons AZN 05-01 et AZN 05-02 (~ 2600 μGy/a) que pour les échantillons AZN 08-05 et AZN 08-06 (~ 3400 μGy/a) (Tableau 3.30).

Pour le calcul de la dose équivalente de l'échantillon AZN 08-05, l'ajustement des points expérimentaux à une courbe de régression n'a pas été possible et ce malgré l'utilisation des trois fonctions mathématiques (SSE, SSE+LIN 2 et DSE). Dans ces trois cas, la courbe ne passait pas par le point naturel et la D_E obtenue (largement surestimée) n'a pas été retenue pour un calcul d'âge.

Les échantillons AZN 08-06 et AZN 05-01 ont également présenté des problèmes d'ajustement à la courbe de régression mais l'élimination des points correspondants aux doses 335 Gy, 2240 Gy et 3940 Gy pour l'échantillon AZN 08-06 et aux doses 7700 Gy et 13600 Gy pour l'échantillon AZN 05-01 a permis d'obtenir des D_E utilisables pour ces échantillons. Enfin, l'échantillon AZN 05-02 n'a montré aucun problème et l'utilisation de la fonction SSE+LIN 2 a livré une dose équivalente sans avoir besoin d'éliminer de points expérimentaux.

Les trois échantillons délivrent des âges relativement proches : $0,60 \pm 0,22$ Ma pour AZN 05-01, $0,70 \pm 0,20$ Ma pour AZN 05-02 et $0,66 \pm 0,13$ Ma pour AZN 08-06.

1.4. Nappe T8_{AZN} (+26-35 m)

1.4.1. Échantillonnage

La terrasse T8_{AZN} est constituée par deux ensembles de graviers et de graves quartzitiques dont les galets sont bien roulés et parfois imbriqués. Le premier ensemble, à la base, a une épaisseur d'environ 45 cm et présente une couleur gris-foncé. Le deuxième a une épaisseur d'environ 1,25 m et sa couleur est plus jaunâtre. Il présente un niveau argileux de presque 30 cm d'épaisseur et des petits lits sableux fins lenticulaires intercalés entre les graves. Les échantillons AZN 08-03 et AZN 08-04 ont été prélevés dans ces petits lits sableux (Fig. 3.15), à 1,50 m et 0,90 m respectivement du sommet du dépôt. Coordonnées UTM de l'affleurement: $x = 0450465$ et $y = 4686550$.

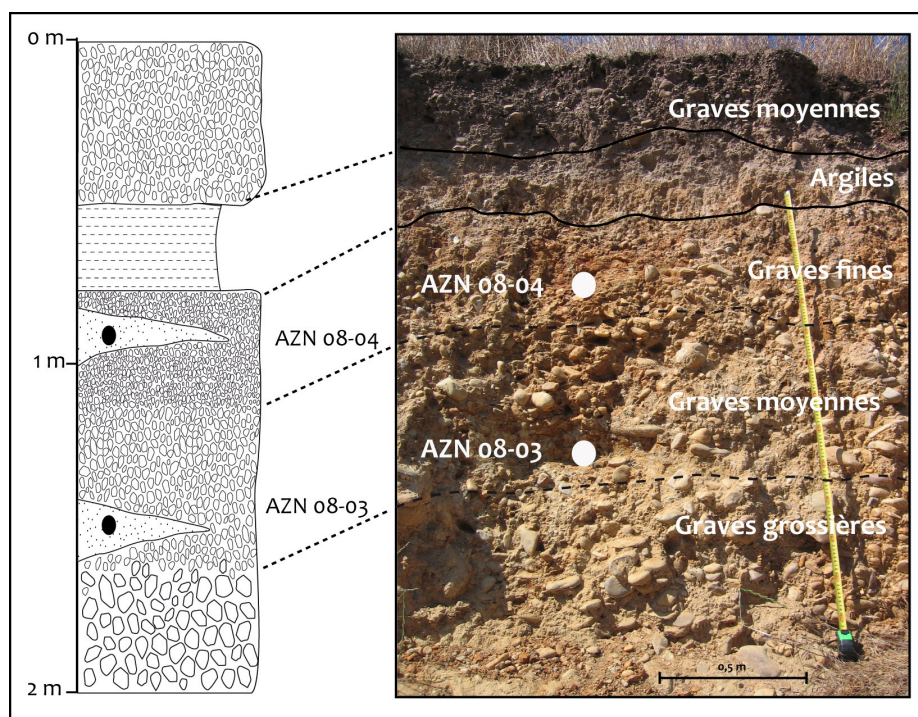


Figure. 3.15. Nappe T8_{AZN} (+26-35 m): Position des échantillons AZN 08-03 et AZN 08-04

1.4.2. Résultats

Les données radiométriques et dosimétriques obtenues pour les échantillons AZN 08-03 et AZN 08-04 sont présentées dans les tableaux 3.31 et 3.32.

Échantillon	^{238}U (ppm)	^{232}Th (ppm)	K (%)	Teneur en eau (%)	Profondeur relative (cm)	Blanchiment (%)
AZN 08-04	1,591 \pm 0,112	9,460 \pm 0,181	1,303 \pm 0,018	5	90	49
AZN 08-03	2,387 \pm 0,116	11,805 \pm 0,190	1,571 \pm 0,018	5	150	54

Tableau 3.31. Données radiométriques des échantillons AZN 08-04 et AZN 08-03 prélevés dans la nappe T8_{AZN} (+26-35 m) de l'Arlanzón.

Échantillon	D $_{\alpha}$ ($\mu\text{Gy/a}$)	D $_{\beta}$ ($\mu\text{Gy/a}$)	D $_{\gamma}$ ($\mu\text{Gy/a}$)	D $_{\text{cos}}$ ($\mu\text{Gy/a}$)	d $_{\text{a}}$ ($\mu\text{Gy/a}$)	D $_{\text{E}}$ (Gy)	Âge (Ma)
AZN 08-04	70 \pm 2	1329 \pm 30	1026 \pm 103	217 \pm 11	2641 \pm 108	878 \pm 323	0,33 \pm 0,12
AZN 08-03	88 \pm 2	1609 \pm 30	1087 \pm 109	196 \pm 10	2981 \pm 113	1101 \pm 505	0,37 \pm 0,17

Tableau 3.32. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons AZN 08-04 et AZN 08-03 prélevés dans la nappe T8_{AZN} (+26-35 m) de l'Arlanzón.

La teneur en radioéléments des échantillons AZN 08-04 et AZN 08-03 est assez voisine, bien que, l'échantillon AZN 08-03 ait des teneurs et une dose γ mesurée in situ légèrement supérieure.

Les deux échantillons présentent des points expérimentaux assez dispersés et donc difficiles à ajuster mathématiquement. Néanmoins, dans le cas de l'échantillon AZN 08-04, la fonction SSE+LIN 2 a permis d'ajuster la courbe sans éliminer des points malgré une valeur X^2 assez faible (0.96). Pour effectuer l'ajustement de l'échantillon AZN 08-03, il a été nécessaire d'éliminer le point correspondant à la dose 7280 Gy.

Les deux échantillons délivrent des âges relativement proches : 0,33 \pm 0,12 Ma pour AZN 08-04 et 0,37 \pm 0,17 Ma pour AZN 08-03.

1.5. Nappe T11_{AZN} (+12-13 m)

1.5.1. Échantillonnage

Cette nappe est composée de deux ensembles de graviers de quartzites, englobés dans une matrice argileuse, séparés par environ deux mètres de sables fins et de limons (Benito-Calvo, 2004). L'échantillon AZN 08-10 a été pris à 2,25 m de profondeur par rapport au sommet du dépôt

dans le niveau de sables fins et de limons (Fig. 3.16). Les coordonnées UTM de l’affleurement sont x = 0460529 ; y = 4685267.

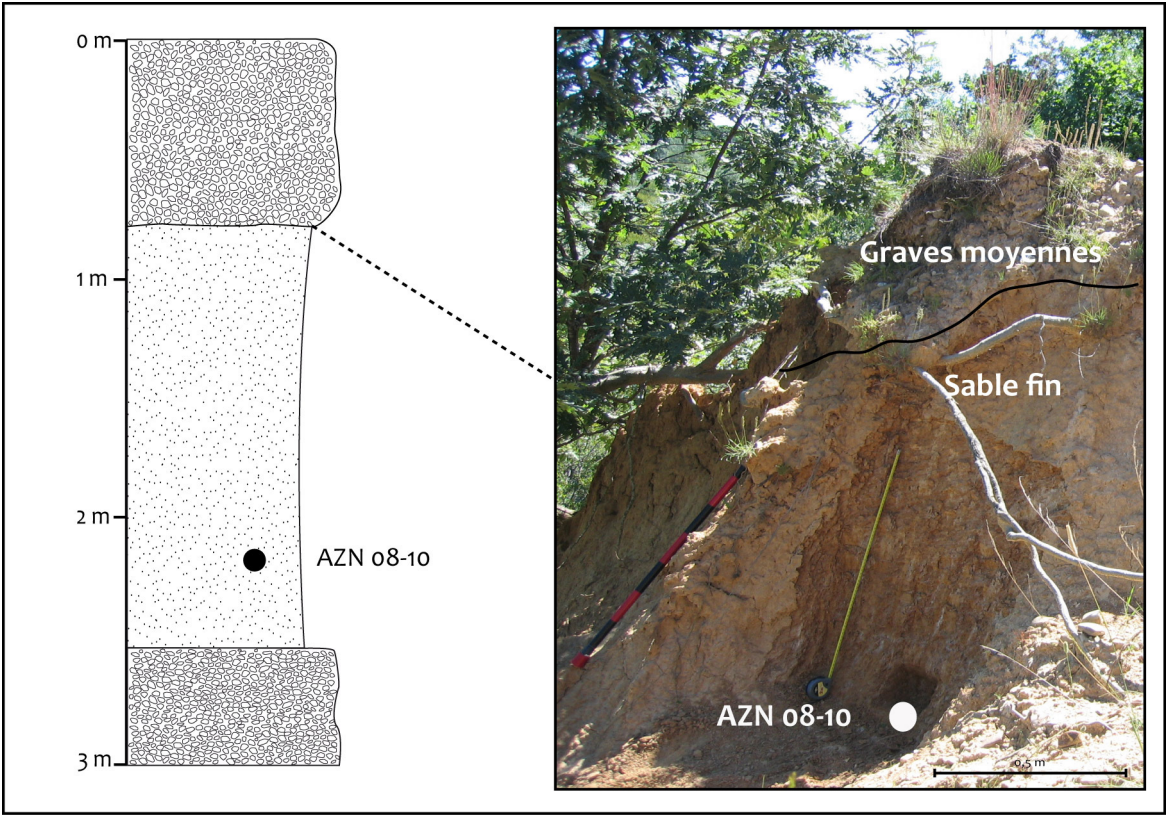


Figure 3.16. Nappe T11_{AZN} (+12-13 m): Position de l’échantillon AZN 08-10

1.5.2. Résultats

Les données radiométriques et dosimétriques obtenues pour l’échantillon AZN 08-10 sont présentées dans les tableaux 3.33 et 3.34.

Échantillon	²³⁸ U (ppm)	²³² Th (ppm)	K (%)	Teneur en eau (%)	Profondeur relative (cm)	Blanchiment (%)
AZN 08-10	3,064 ± 0,117	10,75 ± 0,177	1,428 ± 0,017	12	225	44

Tableau 3.33. Données radiométriques de l’échantillon AZN 08-10 prélevé dans la nappe T11_{AZN} (+12-13 m) de l’Arlanzón.

Échantillon	D _α (μGy/a)	D _β (μGy/a)	D _γ (μGy/a)	D _{cos} (μGy/a)	d _a (μGy/a)	D _E (Gy)	Âge (Ma)
AZN 08-10	84 ± 2	1450 ± 27	1362 ± 136	175 ± 9	3071 ± 139	410 ± 103	0,13 ± 0,03

Tableau 3.34. Données dosimétriques et chronologiques de l’échantillon AZN 08-10 prélevé dans la nappe T11_{AZN} (+12-13 m) de l’Arlanzón

Les teneurs en radioéléments de l'échantillon AZN 08-10 sont cohérents avec celles rencontrés pour les autres dépôts de la vallée. Malgré la dispersion des points expérimentaux, le calcul de la D_e a été réalisé à partir de l'ajustement d'une fonction SSE+LIN 2 sans retirer de points. Cet échantillon donne un âge de $0,13 \pm 0,03$ Ma.

1.6. Conclusion

Les résultats obtenus pour l'ensemble des échantillons prélevés dans la vallée de l'Arlanzón sont résumés dans la figure 3.17.

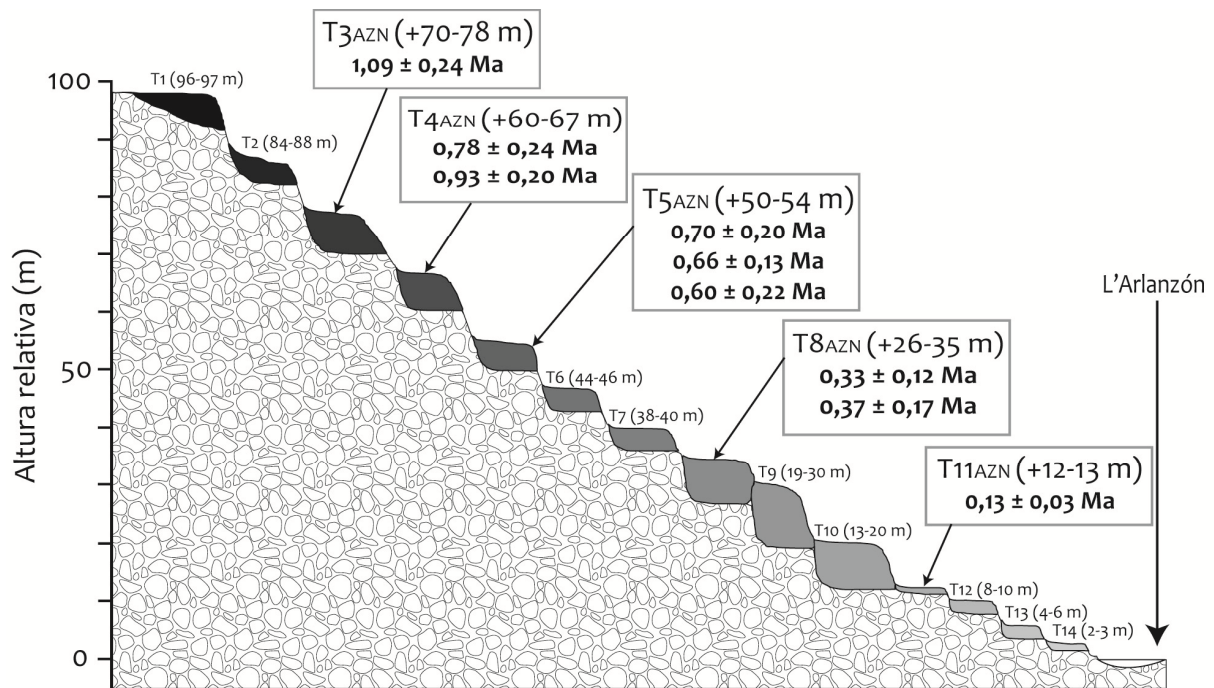


Figure. 3.17 Profil synthétique de la vallée de l'Arlanzón montrant les âges obtenus pour chaque nappe étudiée

Cette figure représente le profil synthétique de la vallée de l'Arlanzón et montre les 14 nappes fluviales observées et décrites par Benito-Calvo (2004).

Les âges obtenus sont en accord avec la stratigraphie et le schéma de mise en place d'une vallée fluviale au Quaternaire : les âges augmentent régulièrement avec l'altitude relative des dépôts.

2. La vallée de l'Arlanza (T_{AZA})

Le système fluvial de l'Arlanza est composé de 16 nappes. Deux de ces nappes (T6_{AZA} (+64-67 m) et T5_{AZA} (+73-79 m)) ont été prélevés par J.M. Parés pour effectuer des analyses

paléomagnétiques et les résultats obtenus leur attribuent une polarité normale (Benito-Calvo et al., 2008).

Dans le cadre de ce travail, quatre nappes ont pu être échantillonnées pour effectuer des datations ESR sur quartz optiquement blanchi. Les prélèvements sont présentés ci-dessous nappe par nappe, de la plus haute à la plus basse.

2.1. Nappe T_{5AZA} (+73-79 m)

2.1.1. Échantillonnage

Les dépôts de la terrasse T_{5AZA} sont composés de graves sans stratification contenant des galets quartzitiques et métamorphiques imbriqués. Elles peuvent atteindre jusqu'à un mètre d'épaisseur. La taille des galets varie entre 1 et 30 cm au maximum. Des niveaux sableux (sable fin à moyen), présentant une stratification croisée planaire à peine lisible, se trouvent intercalés entre les barres de graves. Au sommet, un niveau de limons a été observé (Fig. 3.18).

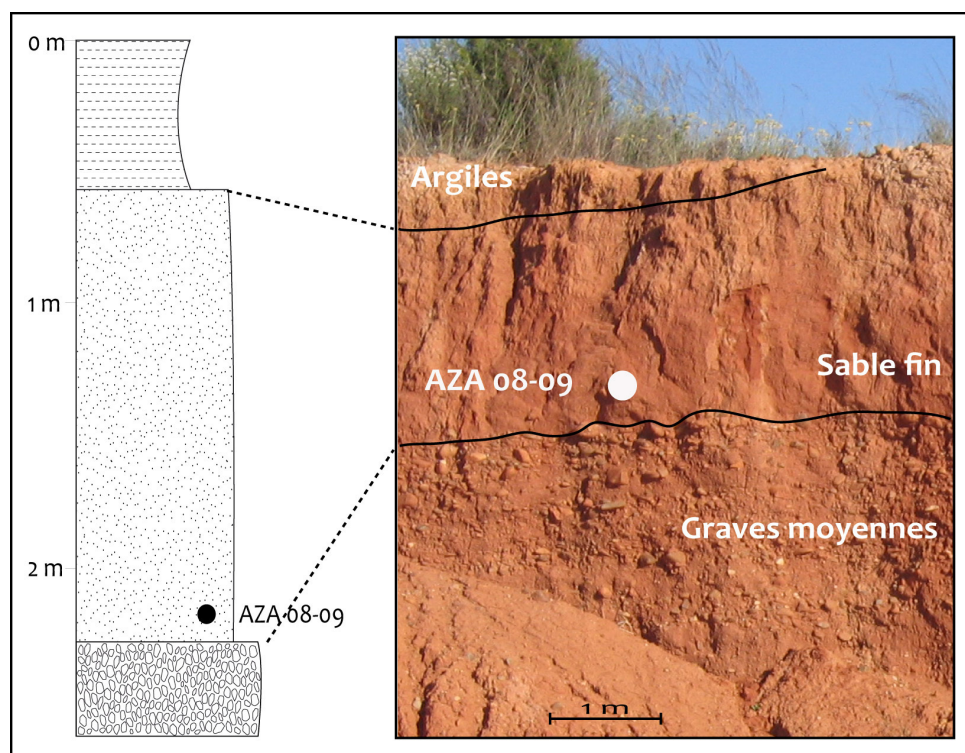


Figure 3.18. Nappe T_{5AZA} (+73-79 m): Position de l'échantillon AZA 08-09

L'échantillon prélevé dans cette terrasse (AZA 08-09) provient du niveau sableux localisé à 2,20 m de profondeur par rapport au sommet. Les coordonnées UTM de l'affleurement sont x = 0440731 ; y = 4656218 (Fig. 3.18).

2.1.2. Résultats

Les données radiométriques et dosimétriques obtenues pour l'échantillon AZA 08-09 sont présentées dans les tableaux 3.35 et 3.36.

Échantillon	²³⁸ U (ppm)			²³² Th (ppm)			K (%)			Teneur en eau (%)	Profondeur relative (cm)	Blanchiment (%)
AZA 08-09	1,292	±	0,078	4,687	±	0,111	1,125	±	0,013	2	220	56

Tableau 3.35. Données radiométriques de l'échantillon AZA 08-09 prélevé dans la nappe T5_{AZA} (+73-79 m) de l'Arlanza.

Échantillon	D _α (μGy/a)	D _β (μGy/a)	D _γ (μGy/a)	D _{cos} (μGy/a)	d _a (μGy/a)	D _E (Gy)	Âge (Ma)
AZA 08-09	42 ± 2	1074 ± 21	908 ± 91	174 ± 9	2197 ± 97	1745 ± 471	0,79 ± 0,22

Tableau 3.36 Données dosimétriques et chronologiques de l'échantillon AZA 08-09 prélevé dans la nappe T5_{AZA} (+73-79 m) de l'Arlanza.

Les teneurs en radioéléments de l'échantillon AZA 08-09 sont cohérentes avec celle des autres dépôts de la vallée. Le calcul de la D_E de l'échantillon AZA 08-09 a été effectué en utilisant une fonction SSE+LIN 2 sur les points expérimentaux de la série de référence (Tableau 3.36) et aucun point n'a été éliminé. L'âge obtenu pour cet échantillon est 0,79 ± 0,22 Ma.

2.2. Nappe T6_{AZA} (+64-67 m)

2.2.1. Échantillonnage

La nappe T6_{AZA} est caractérisée par un niveau de 75 cm des graves bien roulées sans matrice. Un ancien chenal constitué de sables orange assez indurés et contenant quelques galets isolés recoupe ce dépôt. Le prélèvement de l'échantillon AZA 08-11 a été effectué dans ce niveau sableux, à 1,20 m de profondeur par rapport au sommet du dépôt (Fig. 3.19). Les coordonnées UTM de l'affleurement sont x = 0428088 ; y = 4653367.

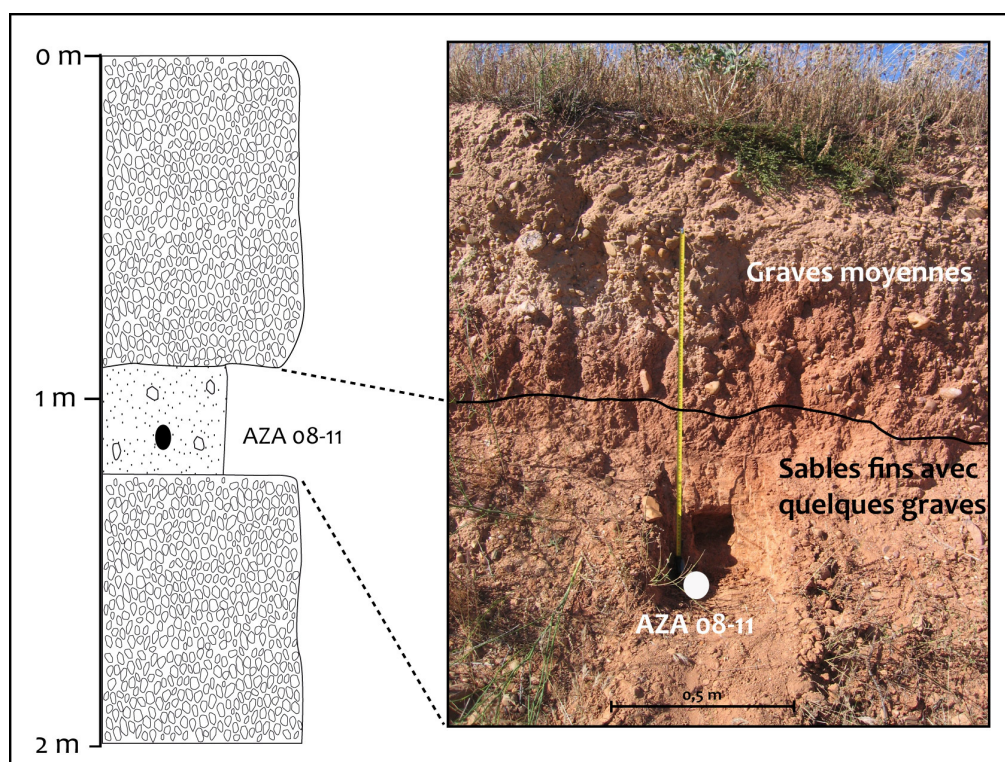


Figure.3.19 Nappe T6_{AZA} (+64-67 m): Position de l'échantillon AZA 08-11

2.2.2. Résultats

Les données radiométriques et dosimétriques obtenues pour l'échantillon AZA 08-11 sont présentées dans les tableaux 3.37 et 3.38.

Échantillon	²³⁸ U (ppm)	²³² Th (ppm)	K (%)	Teneur en eau (%)	Profondeur relative (cm)	Blanchiment (%)
AZA 08-11	2,856 ± 0,118	9,084 ± 0,177	1,264 ± 0,017	5	120	57

Tableau 3.37. Données radiométriques de l'échantillon AZA 08-11 prélevé dans la nappe T6_{AZA} (+64-67 m) de l'Arlanza.

Échantillon	D _α (μGy/a)	D _β (μGy/a)	D _γ (μGy/a)	D _{cos} (μGy/a)	d _a (μGy/a)	D _E (Gy)	Âge (Ma)
AZA 08-11	83 ± 2	1417 ± 30	1121 ± 112	204 ± 10	2825 ± 116	1967 ± 361	0,70 ± 0,14

Tableau 3.38 Données dosimétriques et chronologiques de l'échantillon AZA 08-11 prélevé dans la nappe T6_{AZA} (+64-67 m) de l'Arlanza.

Le sédiment prélevé dans la nappe T6_{AZA} a livré des teneurs en radioéléments beaucoup plus élevées que celles obtenues dans la nappe précédente. Malgré le fait que la courbe de régression obtenue pour cet échantillon ne passe pas par tous les points, un bon ajustement a pu être obtenu et aucun point n'a dû être éliminé lors du calcul. L'échantillon AZA 08-11 a livré un âge de 0,70 ± 0,14 Ma.

2.3. Nappe T10_{AZA} (+33-36 m)

2.3.1. Échantillonnage

La nappe T10_{AZA} est composée par des graves présentant quelques niveaux sableux intercalés (Fig. 3.20). À la base de cette séquence fluviatile, on observe les argiles rosées du Miocène. Un échantillon (AZA 08-08) a été prélevé à 1,30 m de profondeur dans une lentille de sables moyens-grossiers rougeâtre de 15 cm d'épaisseur. Les coordonnées UTM de l’affleurement sont x = 0440319 ; y = 4654680.

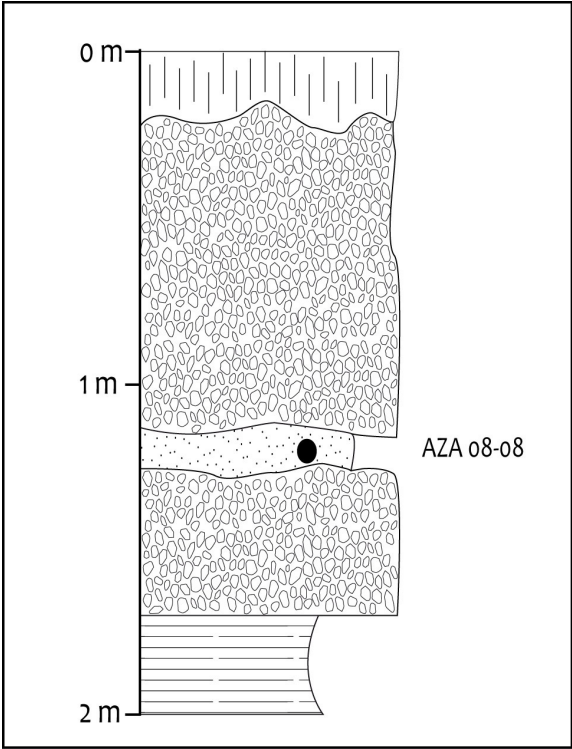


Figure 3.20 Nappe T10_{AZA} (+33-36 m): Position de l’échantillon AZN 08-08

2.3.2. Résultats

Les données radiométriques et dosimétriques obtenues pour l’échantillon AZA 08-08 sont présentées dans les tableaux 3.39 et 3.40.

Échantillon	²³⁸ U (ppm)	²³² Th (ppm)	K (%)	Teneur en eau (%)	Profondeur relative (cm)	Blanchiment (%)
AZA 08-08	0,987 ± 0,077	4,740 ± 0,115	0,753 ± 0,012	2	130	55

Tableau 3.39. Données radiométriques de l’échantillon AZA 08-08 prélevé dans la nappe T10_{AZA} (+33-36 m) de l’Arlanza.

Échantillon	D_{α} ($\mu\text{Gy/a}$)	D_{β} ($\mu\text{Gy/a}$)	D_{γ} ($\mu\text{Gy/a}$)	D_{cos} ($\mu\text{Gy/a}$)	d_a ($\mu\text{Gy/a}$)	D_E (Gy)	Âge (Ma)
AZA o8-o8	38 \pm 2	767 \pm 21	598 \pm 60	200 \pm 10	1603 \pm 64	566 \pm 134	0,35 \pm 0,08

Tableau 3.40 Données dosimétriques et chronologiques de l'échantillon AZA o8-o8 prélevé dans la nappe T10_{AZA} (+33-36 m) de l'Arlanza.

La dose annuelle de l'échantillon AZA o8-o8 est cohérente avec celles obtenues pour la majorité des nappes de cette région. L'échantillon AZA o8-o8 présente un bon ajustement des points expérimentaux à la fonction SSE+LIN sans avoir à retirer des points. L'âge obtenu pour la nappe T10_{AZA} (+33-36 m) de l'Arlanza est 0,35 \pm 0,08 Ma.

2.4. Nappe T13_{AZA} (+12-17 m)

2.4.1. Échantillonnage

La nappe T13_{AZA} est composée par des barres de graves à galets quartzitiques imbriqués intercalées par des niveaux sableux recoupés, localement, par des petits chenaux des graviers. L'échantillon AZA o8-07 a été pris dans un des niveaux sableux, à une profondeur de 1,90 m (Fig. 3.21). Les coordonnées UTM de l'affleurement sont $x = 0439905$; $y = 4654400$.

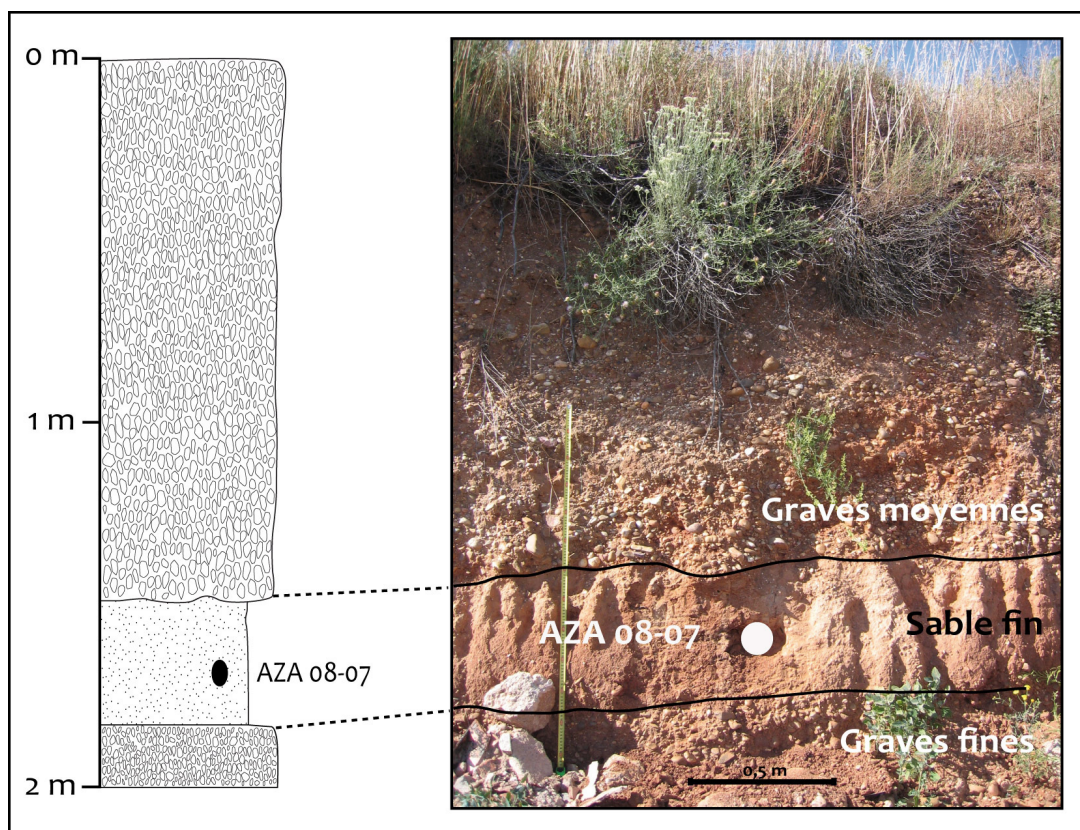


Figure. 3.21. Nappe T13_{AZA} (+12-17 m): Position de l'échantillon AZA o8-07

2.4.2. Résultats

Les données radiométriques et dosimétriques obtenues pour l'échantillon AZA 08-07 sont présentées dans les tableaux 3.41 et 3.42.

Échantillon	²³⁸ U (ppm)	²³² Th (ppm)	K (%)	Teneur en eau (%)	Profondeur relative (cm)	Blanchiment (%)
AZA 08-07	2,437 ± 0,114	10,20 ± 0,181	1,751 ± 0,019	3	190	49

Tableau 3.41. Données radiométriques de l'échantillon AZA 08-07 prélevé dans la nappe T13AZA (+12-17 m) de l'Arlanza.

Échantillon	D _α (μGy/a)	D _β (μGy/a)	D _γ (μGy/a)	D _{cos} (μGy/a)	d _a (μGy/a)	D _E (Gy)	Âge (Ma)
AZA 08-07	84 ± 2	1754 ± 31	1147 ± 115	180 ± 9	3166 ± 119	722 ± 174	0,23 ± 0,06

Tableau 3.42 Données dosimétriques et chronologiques de l'échantillon AZA 08-07 prélevé dans la nappe T13AZA (+12-17 m) de l'Arlanza.

La nappe T13AZA présente la dose annuelle la plus élevée des nappes de l'Arlanza prélevées dans le cadre de ce travail. Malgré une dispersion des points expérimentaux correspondant aux plus fortes doses, l'ajustement de la courbe aux premiers points est bon et donc, nous avons pu calculer une dose équivalente en retirant les points extrêmes. Cet échantillon a livré un âge de 0,23 ± 0,06 Ma.

2.5. Conclusion

La figure 3.22 résume les âges calculés pour les nappes prélevées dans la vallée de l'Arlanza. Ces résultats sont en accord avec les altitudes relatives des différents dépôts.

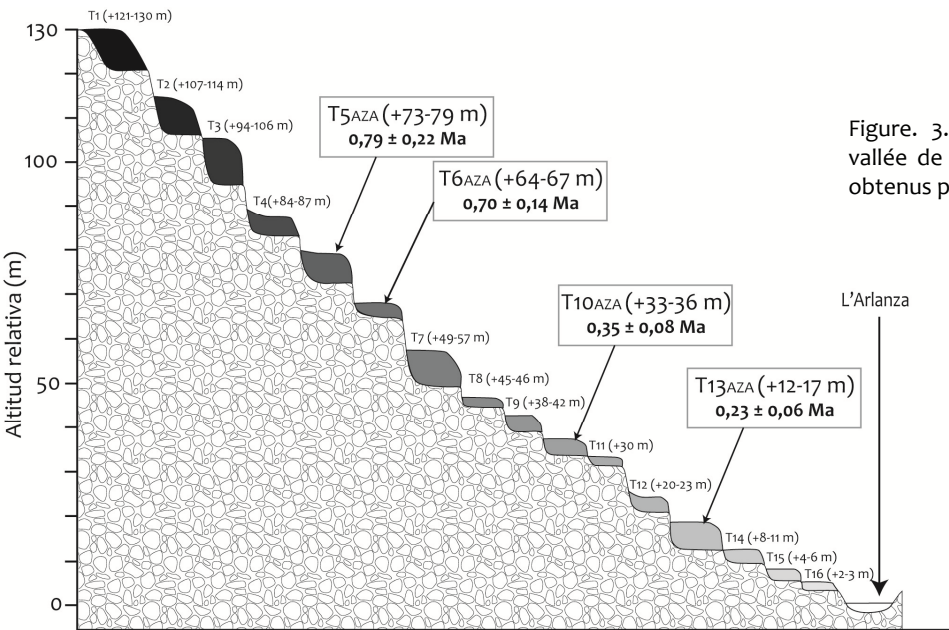


Figure. 3.22 Profil synthétique de la vallée de l'Arlanza montrant les âges obtenus pour chaque nappe étudiée

3. La vallée du Pico (T_{PICO})

Le Pico est une rivière moins développée que les précédentes et qui coule dans une vallée étroite jusqu'à sa rencontre avec l'Arlanzón à l'entrée de la ville de Burgos. Seuls trois niveaux de dépôts fossiles (+2-7 m ; +3-14 m ; +8-20 m) qui pourraient être assimilés à des terrasses fluviales y ont été repérés. En fait, seul le niveau le plus haut constitue une véritable terrasse alluviale. Ce dépôt a donc fourni l'ensemble des prélèvements pour cette vallée.

3.1. Nappe T_{PICO} (+8-20 m)

3.1.1. Échantillonnage

La nappe T_{PICO} est composée des dépôts carbonatés sous forme de graviers sub-anguleux intercalés par des niveaux sableux. Deux échantillons ont été prélevés dans cette terrasse fluviale : PICO 08-01 à une profondeur de 2,50 m et PICO 08-02 à une profondeur de 2,20 m (Fig. 3.23). Les coordonnées UTM de ce prélèvement sont : $x = 0456639$; $y = 4689003$.

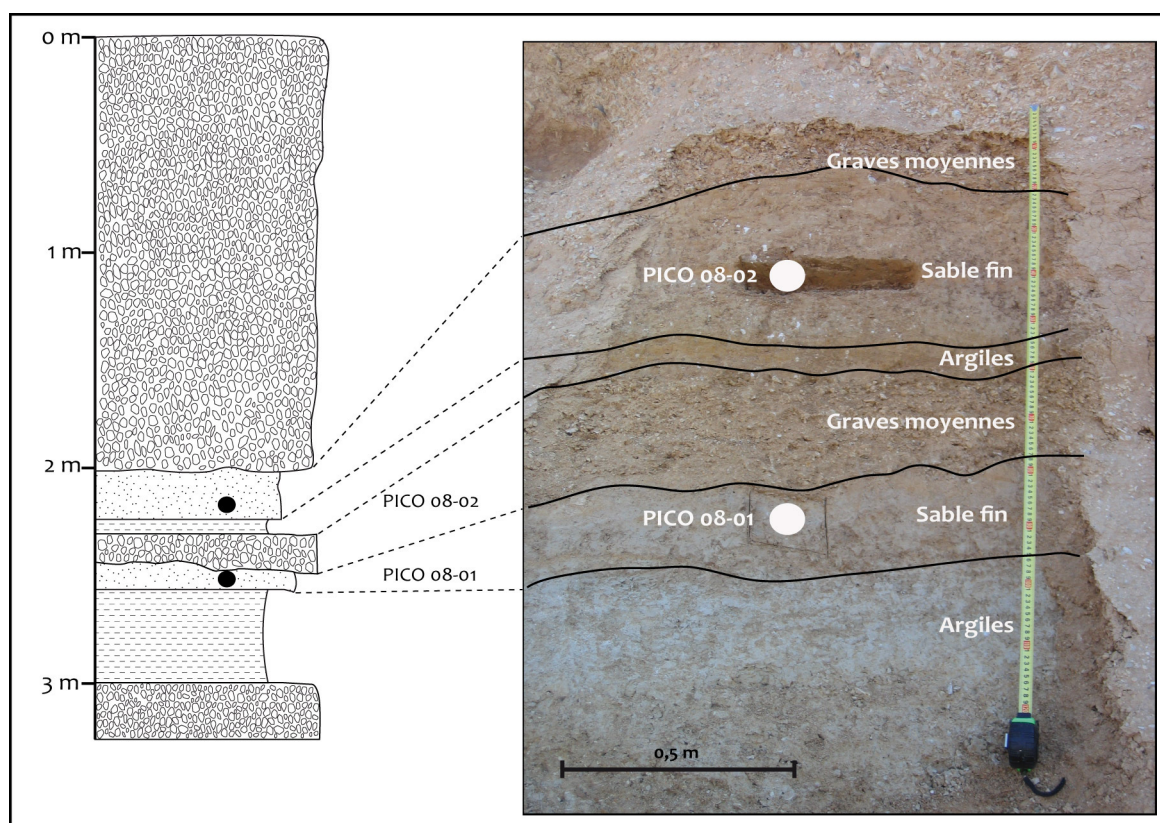


Figure 3.23. Nappe T_{PICO} (+8-20 m): Position des échantillons PICO 08-01 et PICO 08-02

3.1.2. Résultats

Les données radiométriques et dosimétriques obtenues pour les échantillons PICO 08-01 et PICO 08-02 sont présentées dans les tableaux 3.43 et 3.44.

Échantillon	^{238}U (ppm)	^{232}Th (ppm)	K (%)	Teneur en eau (%)	Profondeur relative (cm)	Blanchiment (%)
PICO 08-02	2,699 ± 0,084	10,156 ± 0,132	1,641 ± 0,014	15	220	57
PICO 08-01	2,143 ± 0,083	7,98 ± 0,128	1,332 ± 0,013	16	250	53

Tableau 3.43. Données radiométriques des échantillons PICO 08-01 et PICO 08-02 prélevés dans la nappe T_{PICO} (+8-20 m) du Pico.

Échantillon	D_{α} ($\mu\text{Gy/a}$)	D_{β} ($\mu\text{Gy/a}$)	D_{γ} ($\mu\text{Gy/a}$)	D_{cos} ($\mu\text{Gy/a}$)	d_a ($\mu\text{Gy/a}$)	D_E (Gy)	Âge (Ma)
PICO 08-02	73 ± 1	1461 ± 20	941 ± 94	177 ± 9	2652 ± 97	2050 ± 221	0,77 ± 0,09
PICO 08-01	56 ± 1	1151 ± 18	832 ± 83	169 ± 8	2208 ± 86	1740 ± 343	0,79 ± 0,16

Tableau 3.44 Données dosimétriques et chronologiques des échantillons PICO 08-01 et PICO 08-02 prélevés dans la nappe T_{PICO} (+8-20 m) du Pico.

Les échantillons de cette terrasse présentent des teneurs en radioéléments en accord avec celles observées dans les autres vallées de la région. Néanmoins, l'échantillon PICO 08-02 présente une dose annuelle environ 20% plus élevée par rapport à l'échantillon PICO 08-01 ce qui pourrait être liée à la différence des teneurs en thorium observées pour ces deux échantillons. L'élimination de quelques points expérimentaux lors du calcul de la dose équivalente des échantillons PICO 08-01 (dose 6770 Gy) et PICO 08-02 (doses 2217 Gy, 4170 Gy et 6160 Gy) a été indispensable afin d'obtenir un bon ajustement des points expérimentaux par la fonction SSE+LIN 2. Les âges livrés par ces deux échantillons sont très proches : 0,79 ± 0,16 Ma pour l'échantillon PICO 08-01 et 0,77 ± 0,09 Ma pour l'échantillon PICO 08-02.

3.2. Conclusion

L'âge moyen pondéré obtenu pour la seule nappe prélevée dans la vallée du Pico est visiblement surestimé compte tenu de sa position altimétrique (Fig. 3.24). Cette surestimation pourrait être due à une contamination par du matériel provenant des nappes plus anciennes de l'Arlanzón.

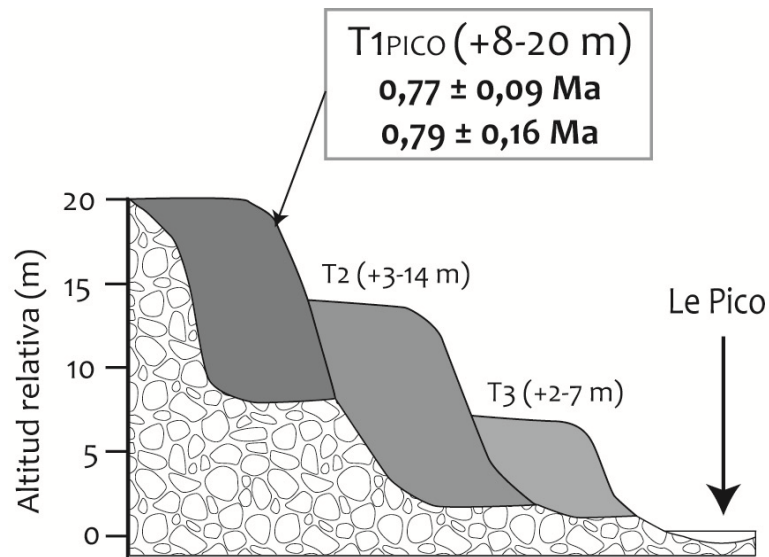


Figure 3.24 Profil synthétique de la vallée du Pico montrant les âges obtenus pour la nappe T1 (+8-20 m).

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Partie IV : DISCUSSION, CONCLUSION ET PERSPECTIVES

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

CHAPITRE 8

Discussion des résultats

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

La richesse archéologique et paléontologique des gisements localisés dans le système karstique de la Sierra de Atapuerca et dans son environnement le plus proche a suscité l'intérêt de nombreux chercheurs et de vastes programmes multidisciplinaires depuis le début des années 80. Trois décennies plus tard, les études effectuées sur cette région et les domaines d'application abordés sont très nombreuses.

Dans la réalisation de ce chapitre de discussion de résultats, nous nous sommes appuyés de préférence sur les données paléomagnétiques (Benito-Calvo et al., 2008; Parés & Pérez-González, 1995; Parés and Pérez-González, 1999), biostratigraphiques (Cuenca Bescós & García, 2007; Cuenca Bescós et al., 2010; Made, 1999) et géomorphologiques (Benito-Calvo, 2004) existantes, sur les datations radiométriques et paléodosimétriques disponibles (Berger et al., 2008; Falguères et al., 1999) mais aussi sur des datations originales non publiées.

1. Le karst de la Sierra de Atapuerca: Gran Dolina (TD)

À partir de la figure 4.1. nous pouvons observer le regroupement des échantillons en cinq nuages de points. Ces ensembles d'âges sont cohérents avec la stratigraphie et montrent une augmentation de l'âge en fonction de la profondeur des couches. Nous allons reprendre ces groupes et les discuter, de la base du remplissage vers le sommet.

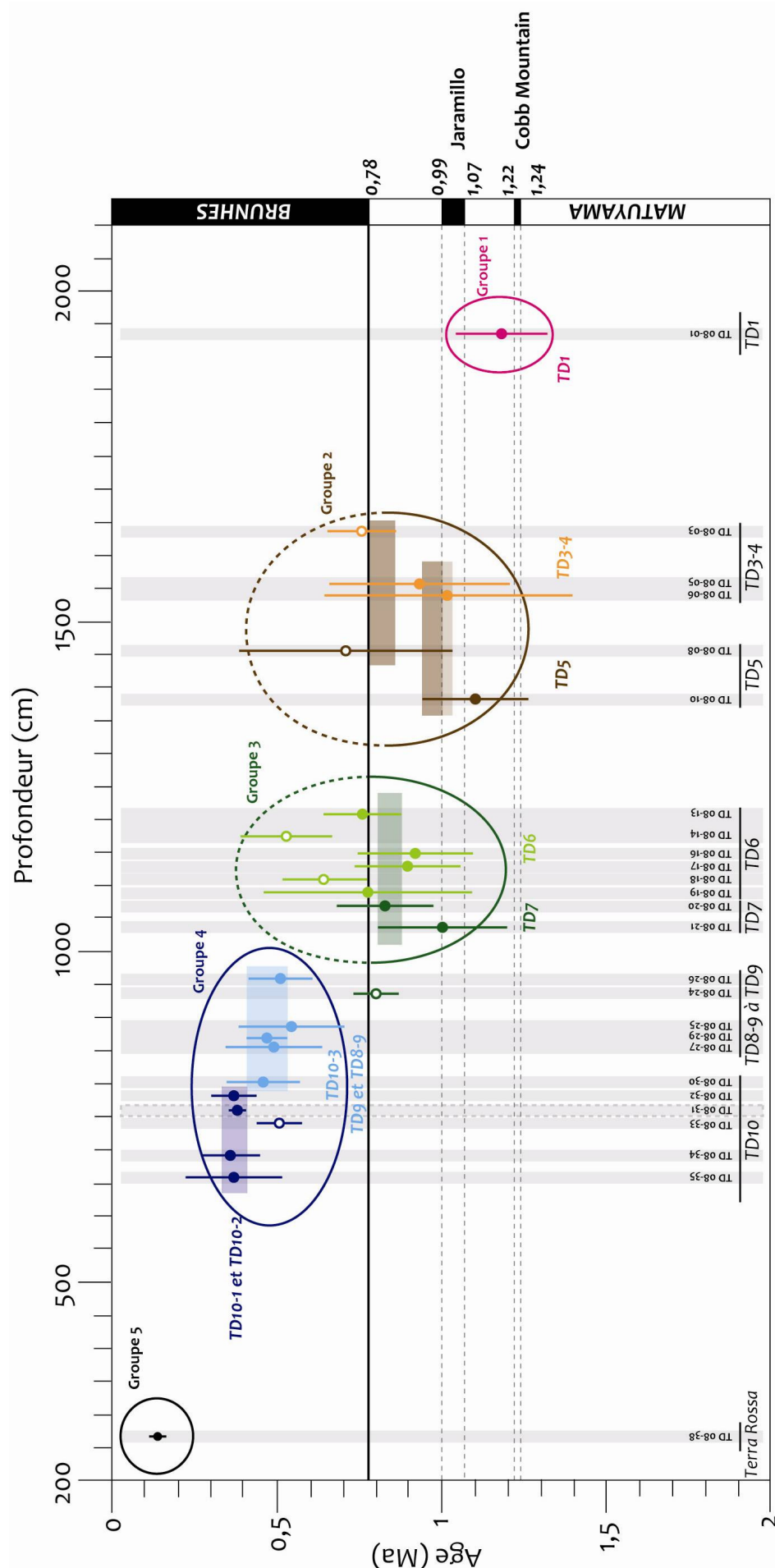


Figure 4.1. Représentation des résultats obtenus pour le site de Gran Dolina par rapport à la profondeur du prélèvement après l'élimination des échantillons qui présentaient des problèmes radiométriques. Représentés par un cercle blanc, les échantillons qui ne sont pas en accord avec les données paléomagnétiques.

Le groupe 1, représenté par un seul échantillon (TD 08-01) et correspondant au niveau TD1, a été daté de $1,18 \pm 0,15$ Ma. Ce niveau, décrit comme étant un faciès d'intérieur, est constitué de sédiments autochtones (argiles de décarbonatation) stériles d'un point de vue archéologique et paléontologique et où aucune datation radiométrique ou paléodosimétrique n'avait été faite avant ce travail. Une étude paléomagnétique, réalisée par Parés & Pérez-González (1999) au sein de ce niveau, a mis en évidence une polarité positive attribuée provisoirement à l'événement de Jaramillo (0,99 – 1,07 Ma) ou à Cobb Mountain (1,22 – 1,24 Ma). L'âge ESR obtenu situe bien le niveau TD1 dans le même intervalle de temps que ces deux événements mais il ne permet pas de les discriminer compte tenu du domaine d'incertitude de cet âge.

Les deux groupes suivants se situent chronologiquement proches de la limite Brunhes-Matuyama (limite B-M). De ce fait, l'analyse paléomagnétique des niveaux ayant fourni les échantillons permettra une meilleure contrainte des résultats.

Le groupe 2 est constitué par cinq échantillons correspondant aux niveaux TD3-4 et TD5. L'intervalle chronologique maximal de ce groupe va de 0,71 à 1,13 Ma. Ces niveaux, ayant livré une polarité négative, sont contraints dans un intervalle plus restreint d'âges compris entre 0,78 (limite B-M) à 1 Ma (Jaramillo). Afin d'obtenir l'âge le plus représentatif pour ce groupe, nous avons sélectionné l'intervalle chronologique pour lequel un maximum de domaines d'incertitudes se recouvraient. Pour le groupe 2, il apparaît deux zones de recouvrement égales : entre 0,78 et 0,86 Ma et entre 0,94 et 1 Ma (Fig. 4.1). La confrontation de ces résultats avec les données paléoenvironnementales et les études biostratigraphiques qui avaient attribué la mise en place de ces niveaux au Stade Isotopique 22 (OIS 22) (Cuenca Bescós & García, 2007) permet de favoriser la seconde zone de recouvrement. L'âge ESR du groupe 2 est donc compris entre 0,94 et 1 Ma. Cet âge est en accord avec l'estimation de Made (1999) basée sur la biochronologie des grands mammifères.

Le groupe 3 comprend les échantillons prélevés dans les niveaux TD6 et TD7 dont l'intervalle chronologique maximal va de 0,53 à 1,04 Ma. Dans un premier temps, comme pour le groupe 2, l'étude paléomagnétique réalisée en TD7 par Parés & Pérez-González (1995) permet de réduire cet intervalle entre 0,78 et 1 Ma. Dans un second temps, une zone de recouvrement des domaines d'incertitudes a pu être établie, permettant de proposer un âge compris entre 0,80 et 0,88 Ma à cet ensemble. Plusieurs datations radiométriques avaient par ailleurs été réalisées par Falguères *et al* (1999) et par Berger *et al* (2008) en appliquant les méthodes de l'ESR/U-Th combinés et celles de la luminescence (TL et IRSL), respectivement sur les niveaux TD6 et TD7. Les datations ESR/U-Th proposent un intervalle chronologique entre 0,78 et 0,86 Ma pour le niveau TD6-2. D'autre part, la datation TL a donné un âge de $0,96 \pm 0,12$ Ma pour le niveau TD7.

L'intervalle chronologique obtenu lors de ce travail de thèse est cohérent avec les datations préexistantes pour les niveaux TD6 et TD7. Par ailleurs, cet âge concorde avec l'attribution de ces deux niveaux contemporains des stades isotopiques 19-21 par (Cuenca Bescós & García, 2007) à partir des études biostratigraphiques.

Les derniers groupes identifiés pour le remplissage de Gran Dolina se situent au dessus de la limite Brunhes-Matuyama.

Le groupe 4 englobe dix échantillons correspondant aux niveaux TD8-9, TD9 et TD10 dont l'intervalle initial d'âges est compris entre 0,36 et 0,55 Ma. En appliquant la même procédure utilisée préalablement consistant à établir la zone de recouvrement la plus probable des âges, nous proposons deux intervalles d'âges: le premier, entre 0,42 et 0,54 Ma et le second, entre 0,33 et 0,40 Ma. Il apparaît que la première de ces zones correspond aux échantillons provenant exclusivement des niveaux TD10-3 et TD10-4 (base de TD10), TD8-9 et TD9 alors que la seconde correspond aux échantillons issus des niveaux TD10-1 et TD10-2 (sommet de TD10). Ceci me permet de distinguer stratigraphiquement et chronologiquement deux ensembles sédimentaires dans cette partie supérieure du remplissage de Gran Dolina.

Comme pour les niveaux TD6 et TD7, des datations paléodosimétriques et radiométriques avaient déjà été effectués par Falguères *et al* (1999) et Berger *et al* (2008) sur les niveaux TD8, TD8-9, TD9 et TD10. Les résultats ESR sur quartz de la première zone de recouvrement (0,42 à 0,54 Ma) sont en accord avec les âges TL ($0,43 \pm 0,06$ Ma et $0,48 \pm 0,13$ Ma). Pour le sommet de TD10 (0,33 et 0,40 Ma), ces résultats sont cohérents avec les six dates obtenus par ESR/U-Th qui forment un intervalle chronologique compris entre 0,31 et 0,42 Ma. Par contre, il existe un décalage entre les résultats ESR en général et l'âge de $0,24 \pm 0,02$ Ma livré par la TL pour le niveau supérieur de TD10.

Enfin, le groupe 5 correspond au niveau des dépôts résiduels de Terra-Rossa qui remplissent les ouvertures et les diaclases dans les calcaires du toit de Gran Dolina. Ce niveau a été daté de $0,14 \pm 0,03$ Ma à partir d'un seul échantillon prélevé. L'âge TL obtenu pour ce même niveau a livré un âge beaucoup plus récent: $0,05 \pm 0,01$ Ma. En absence d'autres données (paléoenvironnementales, chronologiques...) nous ne pouvons discuter cet écart d'âges.

Les résultats ESR des échantillons prélevés à la base de la partie sud de Gran Dolina (Fig. 4.2) (TD S 08-01 à TD S 08-04) ont été représentés sur le même graphique que ceux provenant du reste du remplissage. À l'exception de TD S 08-01, ils s'intègrent tous dans le nuage de points du groupe 2. Les échantillons TD S 08-04 et TD S 08-03 correspondent altimétriquement au niveau TD5 mais leurs âges les rapprochent du groupe 3, c'est-à-dire des niveaux TD6/TD7. TD S 08-02 montre un âge et une position stratigraphique similaires à celles des échantillons du niveau TD3-4.

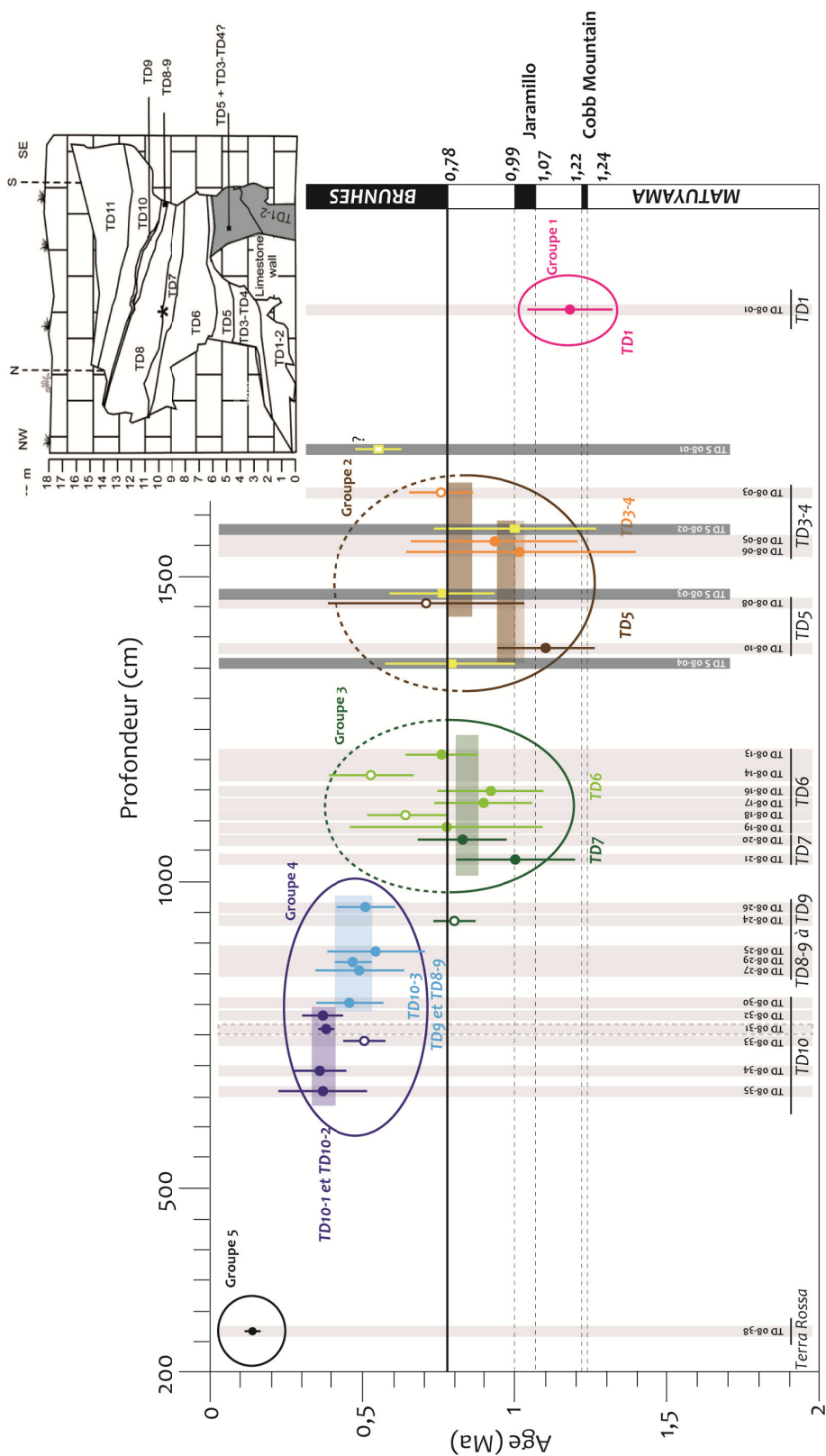


Figure 4.2. Représentation des résultats obtenus à partir des échantillons prélevés à la base de la partie sud de Gran Dolina par rapport à la profondeur du prélèvement

Faute de corrélations stratigraphiques entre les différentes parties du remplissage nous ne pouvons pas aller plus loin dans nos interprétations

L'ensemble de ces résultats me permet de proposer la chronologie suivante pour le remplissage de Gran Dolina (Fig. 4.3).

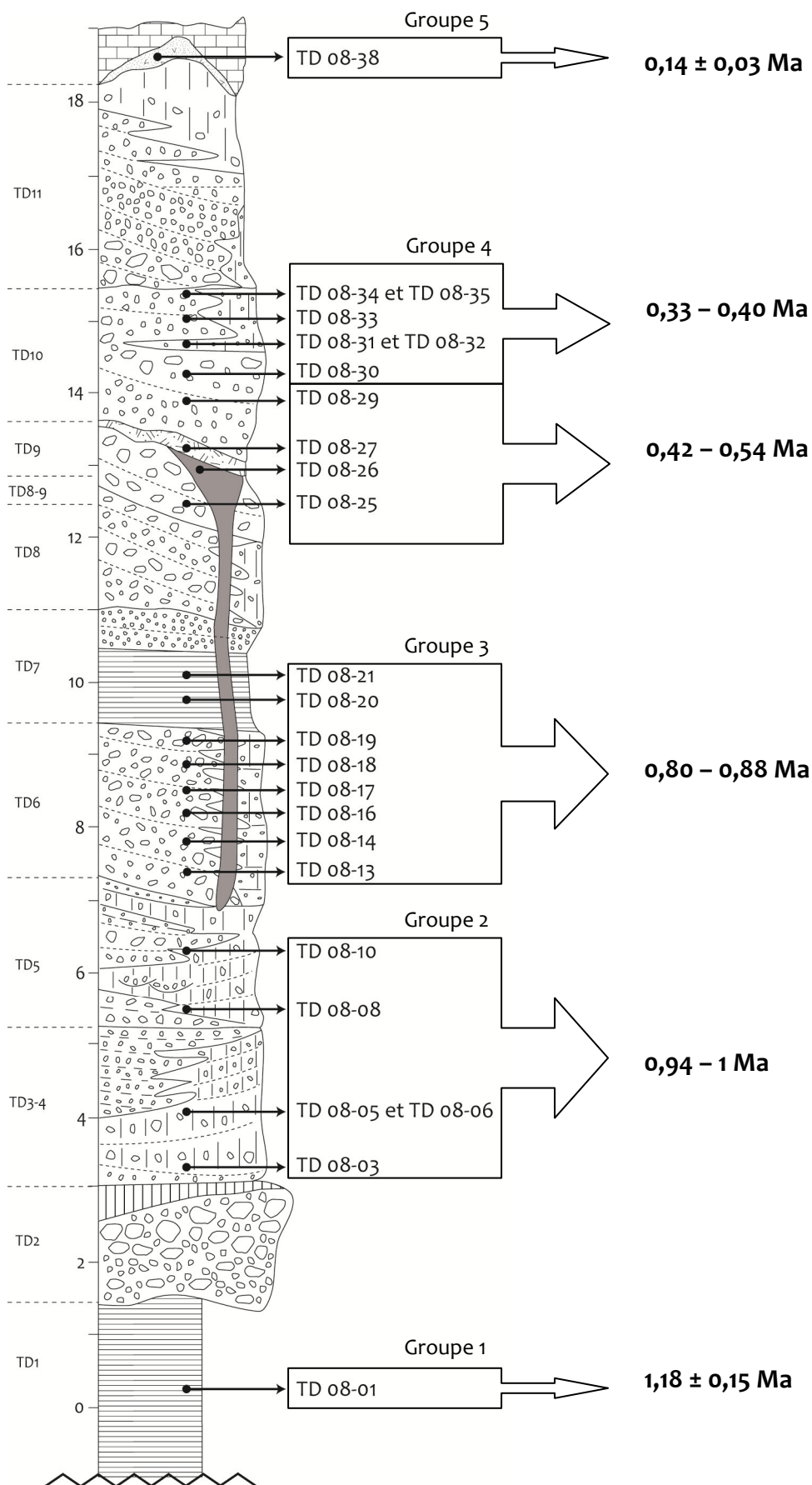


Figure 4.3 Récapitulatif des âges obtenus dans le site de Gran Dolina par ESR sur quartz

2. Les vallées fluviales : l'Arlanzón et l'Arlanza

Les vallées fluviales de l'Arlanzón et de l'Arlanza, toutes deux conditionnées par les structures tectoniques des cordillères alpines environnantes, constituent les deux fleuves principaux de la région d'étude dans le cadre de cette thèse.

Un modèle géomorphologique permettant la corrélation entre les dépôts des deux vallées et expliquant leur évolution synchrone avait été établie par Benito-Calvo (2004). Afin d'expliquer ce modèle nous reprenons la description faite par son auteur des deux systèmes fluviaux :

- le système fluvial fossile de la vallée de l'Arlanzón est organisé en une séquence de quatorze nappes : T_{1AZN} (+92-97 m) à T_{14AZN} (+2-3 m).
- le système de la vallée de l'Arlanza est composé de seize nappes : T_{1AZA} (+121-130 m) à T_{16AZA} (+2-3 m).

En tenant compte du fait que les deux rivières prennent leur source dans la Sierra de la Demanda (mêmes précipitations, même débit d'eau), traversent les mêmes matériaux (roches paléozoïques, terrains mésozoïques et dépôts tertiaires continentaux) et suivent le même niveau de base, Benito-Calvo propose une corrélation altimétrique des deux séquences fluviales et une séquence générale régionale (Fig. 4.4).

Suivant les observations géomorphologiques et les datations existantes alors, une chronologie relative a été assignée à cette séquence. Selon celle-ci, la plaine alluviale et la première nappe des systèmes fluviaux (T_{16AZA} (+2-3 m) et T_{14AZN} (+2-3 m)) correspondraient à l'Holocène. Le Pléistocène supérieur serait représenté par deux nappes dans chaque système, T_{15AZA} (+4-6 m) et T_{14AZA} (+8-11 m) dans la vallée de l'Arlanza et T_{13AZN} (+4-6 m) et T_{12AZN} (+8-10 m) dans la vallée de l'Arlanzón. Le Pléistocène moyen rassemble les nappes centrales de ces deux systèmes fluviaux allant de la nappe T_{13AZA} (+12-17 m) à T_{6AZA} (+64-67 m) dans la vallée de l'Arlanza et de la nappe T_{11AZN} (+12-13 m) jusqu'à la nappe T_{4AZN} (+60-67 m) dans la vallée de l'Arlanzón. Une datation TL effectuée sur un affleurement correspondant aux premières nappes du Pléistocène moyen de la vallée de l'Arlanza a livré un âge de 115 ± 15 ka (Benito-Calvo et al., 2008). L'attribution de ce dépôt à la nappe T_{13AZA} (+12-17 m) ou T_{12AZA} (+20-23 m) est difficile à cause d'un recouvrement partiel du dépôt alluvial par des dépôts de pente mais Benito-Calvo et al., (2008) suggèrent, à partir de l'âge obtenu par TL, qu'il s'agit de la nappe T_{13AZA} (+12-17 m). Enfin, le Pléistocène inférieur est représenté par les nappes T_{5AZA} (+73-79 m) à T_{1AZA} (+121-130 m) dans la vallée de l'Arlanza et par les nappes T_{3AZN} (+70-78 m) à T_{1AZN} (+92-97 m) dans la vallée de l'Arlanzón.

Dans la partie supérieure de la séquence (limite Pléistocène moyen-supérieur), deux nappes de chaque vallée (T4_{AZN} (+60-67 m) et T5_{AZN} (+50-54 m) dans la vallée de l’Arlanzón et T6_{AZA} (+64-67 m) et T5_{AZA} (+73-79 m) dans la vallée de l’Arlanza, ont fait l’objet d’une étude paléomagnétique réalisée par J.M. Parés (Benito-Calvo et al, 2008).

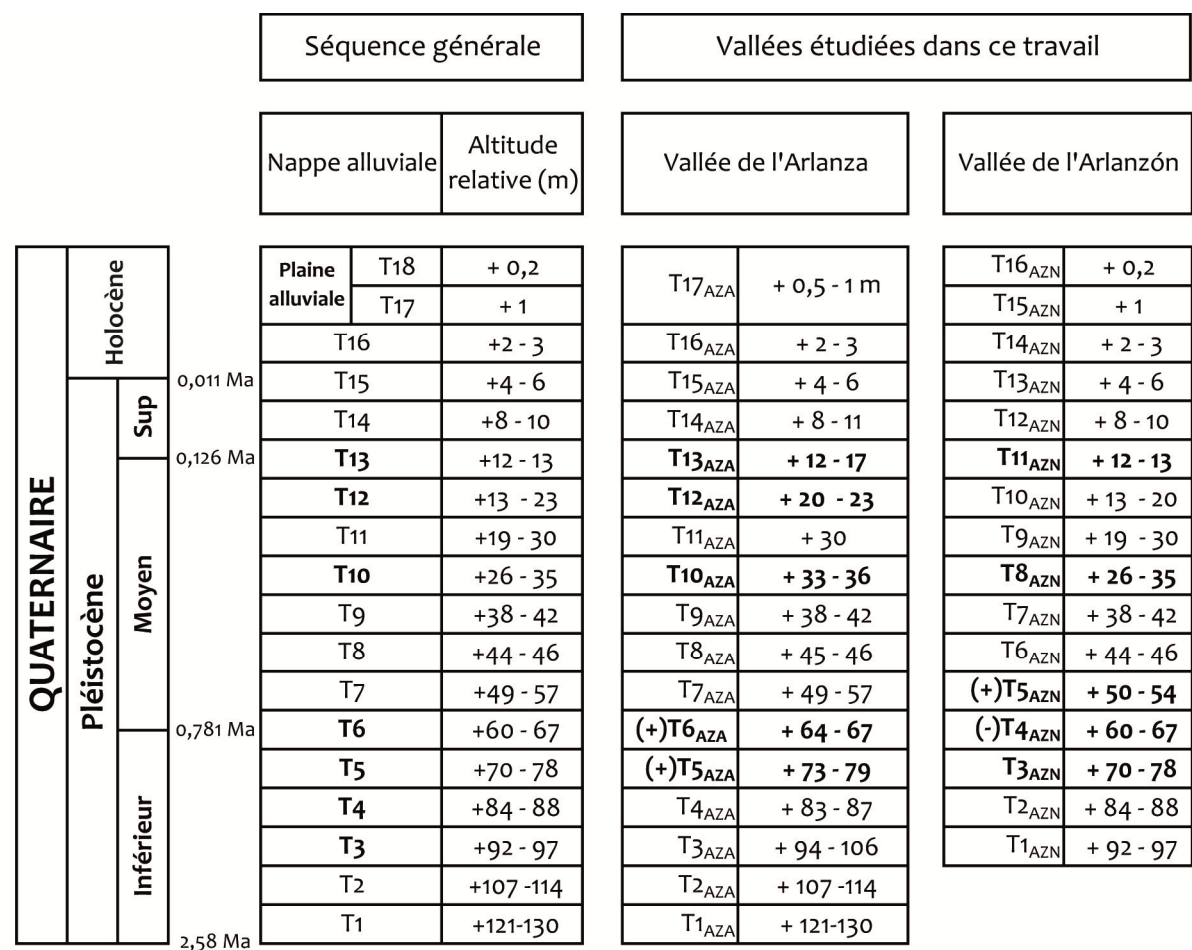


Figure 4.4 Modèle de corrélation des séquences fluviales de l’Arlanza et l’Arlanzón proposé par Benito-Calvo (2004).

Cette étude a livré une polarité positive pour toutes les nappes étudiées à l’exception de la T4_{AZN} qui a donné une polarité négative à la base du dépôt alluvial (Benito-Calvo et al., 2008). À partir de ces données et suivant les altitudes relatives des nappes, Benito-Calvo (2004) a suggéré la contemporanéité des nappes T6_{AZA} (+64-67 m) et T4_{AZN} (+60-67 m) et le placement de la limite Matuyama-Brunhes (780 ka) pendant la mise en place de ces terrasses. Ces deux nappes sont donc les premières nappes du Pléistocène moyen de la séquence. Par ailleurs, la nappe T5_{AZA} (+73-79 m), qui avait livré une polarité positive, est placée dans l’événement Jaramillo (0,99 – 1,07 Ma).

Dans le cadre de mon travail et afin d’établir un cadre chronostratigraphique de cette région, plusieurs nappes de chaque vallée ont été échantillonnées et datées par ESR sur quartz.

Figure 1: Stratigraphic correlation chart of the Brunhes and Matuyama magnetic polarity zones.

The chart displays the relative altitude (m) on the left and right axes, and the Brunhes (0 to 1.4 Ma) and Matuyama (1.4 to 0 Ma) zones on the right axis. The chart is divided into two main sections: Vallée de l'Arlanza (left) and Vallée de l'Arlanzón (right).

Vallée de l'Arlanza:

- Brunhes zones:** T12, T10, T6, T5
- Matuyama zones:** Jaramillo, Cobb Mountain

Vallée de l'Arlanzón:

- Brunhes zones:** T11, T8, T5, T4, T3
- Matuyama zones:** T11, T8, T5, T4, T3

The chart includes 13 numbered data points with error bars, representing the age ranges of the Brunhes and Matuyama zones. The Brunhes zone is represented by a black bar, and the Matuyama zone by a white bar. The Jaramillo and Cobb Mountain sub-zones are also indicated.

La nappe T13 (+12-13 m) de la séquence générale, correspondant à la nappe T11_{AZN} (+12-13 m) de la vallée de l'Arlanzón et à la nappe T13_{AZA} (+12-17 m) de la vallée de l'Arlanza, représente la limite Pléistocène moyen - Pléistocène supérieur. Afin de vérifier l'emplacement de cette limite, des datations ESR ont été effectuées dans les dépôts de ces deux nappes. Un âge de $0,13 \pm 0,03$ Ma a été obtenu pour la nappe T11_{AZN} ce qui corrobore le placement de la limite au sein de cette nappe dans la vallée de l'Arlanzón. En revanche, dans la vallée de l'Arlanza nous avons obtenu un

âge ESR de $0,23 \pm 0,06$ Ma pour un affleurement qui avait été daté de $0,11 \pm 0,15$ Ma par TL (Benito-Calvo et al., 2008). D'un point de vue altimétrique, ce dépôt pourrait correspondre soit à la nappe T12_{AZA} (+20-23 m) soit à la nappe T13_{AZA} (+12-17 m). L'âge ESR corroborerait l'hypothèse « T12 » et l'âge TL, accompagné d'une erreur importante, l'hypothèse « T13 ». Faute de plus de données géochronologiques permettant de préciser l'âge, il est très difficile d'assigner ce dépôt à une nappe précise.

Il n'a pas été possible de trouver un bon affleurement dans les nappes de la séquence générale, T12 (T10_{AZN} et T12_{AZA}) et T11 (T9_{AZN} et T11_{AZA}), et aucune datation n'a pu être réalisée dans ces dépôts.

En remontant dans la séquence, nous avons étudié la nappe T10 (+26-35 m) de la séquence générale qui correspond à la nappe T8_{AZN} (+26-35 m) dans la vallée de l'Arlanzón et son équivalent, la T10_{AZA} (+33-36 m), dans la vallée de l'Arlanza. La nappe T8_{AZN} a été datée de $0,33 \pm 0,12$ Ma et $0,37 \pm 0,17$ Ma alors que la nappe T10_{AZA} a livré un âge $0,35 \pm 0,08$ Ma. Les résultats ESR obtenus sont cohérents d'une vallée à l'autre et confortent le modèle proposé par Benito-Calvo.

Aucun affleurement n'a été repéré dans les nappes T9 (T7_{AZN} et T9_{AZA}) et T8 (T6_{AZN} et T8_{AZA}) de la séquence générale et aucune datation n'a été réalisée dans ces dépôts.

La nappe T7 (+49-57 m) de la séquence générale englobe la nappe T5_{AZN} (+50-54 m) dans la vallée de l'Arlanzón et la T7_{AZA} (+49-57 m) dans la vallée de l'Arlanza mais seule la nappe T5_{AZN} a pu être étudiée ici. Cette nappe, ayant livré une polarité paléomagnétique positive, constitue la première nappe du Pléistocène moyen d'après le cadre chronostratigraphique proposé par Benito-Calvo. Les datations ESR effectuées dans ces dépôts ont livré trois âges ($0,60 \pm 0,22$ Ma, $0,66 \pm 0,13$ Ma et $0,70 \pm 0,20$ Ma) qui confirment la chronologie relative préexistante.

La limite Pléistocène Moyen – Pléistocène Inférieur a été localisée dans la nappe T6 de la séquence générale, c'est-à-dire, pendant la mise en place de la nappe T4_{AZN} (+60-67 m) et T6_{AZA} (+64-67 m). Le positionnement chronologique de cette limite est fondé sur les résultats paléomagnétiques qui ont livré une polarité négative pour la T4_{AZN} et une polarité positive pour la T6_{AZA} indiquant bien l'inversion entre ces deux dépôts. Les datations réalisées lors de ce travail ont apporté deux âges, très écartés, pour les dépôts de la nappe T4_{AZN} ($0,78 \pm 0,24$ Ma et $0,93 \pm 0,20$ Ma). Ces résultats, accompagnés des domaines d'erreur importantes, suggèrent que ce dépôt n'est pas formé d'une seule nappe mais est constitué d'une nappe composite avec deux épisodes d'enregistrement entre lesquels la limite Matuyama-Brunhes serait placée. Dans la vallée

de l'Arlanza, l'âge de $0,70 \pm 0,14$ Ma corrobore la polarité positive trouvée dans ces dépôts et donc sa position dans la période Brunhes.

Contrairement à ce qui avait été avancé dans le modèle de Benito-Calvo, à partir des résultats ESR et du paléomagnétisme, la corrélation entre les nappes T6_{AZA} (+64-67 m) et T5_{AZN} (+50-54 m) semble plus cohérente.

D'après Benito-Calvo (2004), la nappe T5 (+70-78 m) de la séquence générale correspond à la nappe T3_{AZN} (+70-78 m) de la vallée de l'Arlanzón et à la nappe T5_{AZA} (+73-79 m) de la vallée de l'Arlanza.

La mise en place de ces terrasses aurait donc eu lieu pendant le Pléistocène inférieur. Un âge ESR de $1,09 \pm 0,24$ Ma a été obtenu pour la nappe T3_{AZN} alors que la nappe T5_{AZA} a été datée de $0,79 \pm 0,22$ Ma. Cette dernière nappe montre par ailleurs une polarité paléomagnétique positive qui a été provisoirement attribuée à l'événement de Jaramillo mais les résultats ESR obtenus pour cette nappe semblent indiquer que la polarité positive repérée dans ces dépôts correspondrait à la période Brunhes. Dans la vallée de l'Arlanza, la limite Matuyama-Brunhes devrait alors être placée entre les nappes T5_{AZA} (+73-79 m) et T4_{AZA} (+83-87 m). Dans la vallée de l'Arlanzón, l'âge ESR obtenu est cohérent avec la stratigraphie et le modèle géomorphologique de Benito-Calvo et confirme l'attribution des nappes supérieures de cette vallée au Pléistocène Inférieur.

Ces nouveaux résultats montrent que, le sommet de T4_{AZN} correspondrait à la T5_{AZA} et donc à la T6 de la séquence générale qui serait datée aux alentours de 0,78 Ma. Ils modifient aussi la corrélation altimétrique proposé par Benito-Calvo et suggère un décalage altimétrique d'environ 10 à 20 m entre les nappes d'âges comparables dans les deux vallées à partir des nappes T7_{AZA} et T5_{AZN}. Afin de corroborer ces hypothèses, plus de datations devront être effectuées dans les nappes supérieures des deux vallées et notamment dans la vallée de l'Arlanza pour vérifier le nouveau placement de la limite Brunhes-Matuyama dans cette vallée.

Voici la corrélation proposée pour les deux vallées à partir des résultats discutés ci-dessus (Fig. 4.6).

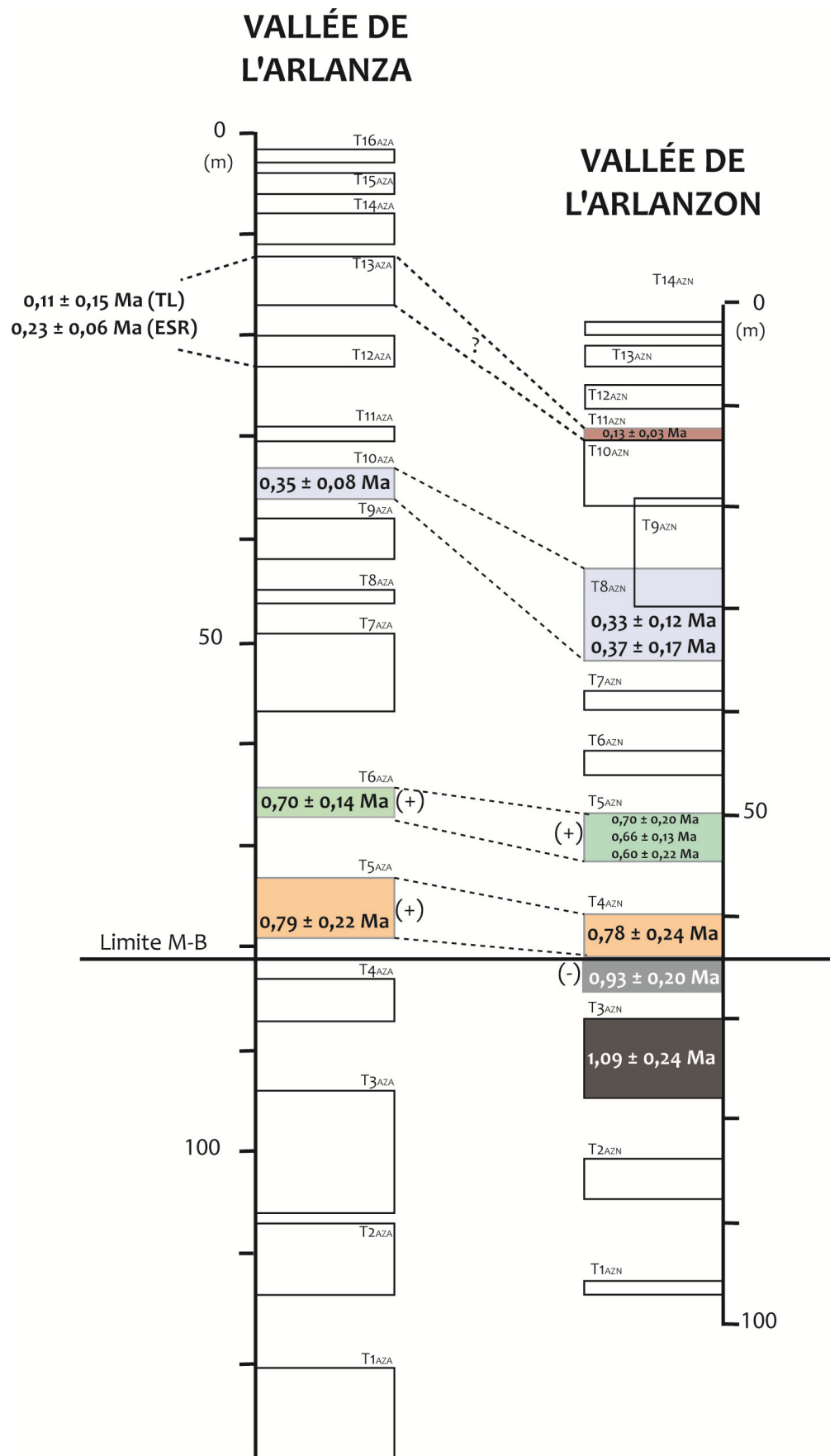


Figure. 4.6. Modèle de corrélation entre la vallée de l’Arlanza et de l’Arlanzón proposé dans ce travail.

3. Comparaison « système karstique vs système fluvial »

L'un des objectifs principaux de ce travail est de tenter d'établir un lien chronologique entre la formation et l'évolution du système karstique multiniveaux de la Sierra de Atapuerca et les dépôts des nappes fluviales de la vallée de l'Arlanzón. Les résultats ESR présentés et discutés dans les paragraphes précédents ont permis de réaliser une première corrélation entre le site de Gran Dolina (niveau intermédiaire du karst) et les nappes datées dans cette vallée (Fig. 4.7).

La nappe T11_{AZN} (+12-13 m) présente un âge de $0,13 \pm 0,03$ Ma qui pourrait être corrélée avec le niveau de Terra-Rossa de Gran Dolina daté de $0,14 \pm 0,03$ Ma malgré l'âge TL ($0,05 \pm 0,01$ Ma) (Berger et al, 2008) plus récent obtenu pour ce même niveau.

Deux âges ont été obtenus dans la nappe T8_{AZN} (+26-35 m) : $0,37 \pm 0,17$ Ma et $0,33 \pm 0,12$ Ma. Ces âges correspondent avec les résultats obtenus dans la partie supérieure de TD10 (TD10-1 et TD10-2) à partir de la méthode ESR/U-Th combinée ($0,34 \pm 0,03$ Ma et $0,37 \pm 0,03$ Ma) (Falguères et al, 1999) et de l'ESR sur quartz ($0,33 - 0,40$ Ma). L'âge TL obtenu pour cette partie de TD10 est plus récent que les âges ESR mais malgré ce léger décalage on peut considérer que le sommet de TD10 est corrélable avec la nappe T8_{AZN} (+26-35 m).

La partie inférieure de TD10 (TD10-3 et TD10-4), TD9 et TD8-9 datée par ESR sur quartz entre $0,42$ et $0,54$ Ma et par TL en $0,43 \pm 0,06$ Ma et $0,45 \pm 0,13$ Ma pourrait correspondre aux nappes T6_{AZN} et T7_{AZN} mais pour l'instant il n'y a pas de datations réalisées sur ces deux nappes qui peuvent le confirmer. La corrélation du niveau TD8, daté de $0,60 \pm 0,05$ Ma par Falguères et al (1999), pourrait être réalisée avec la nappe T5_{AZN} (+50-54 m) qui a livré des âges similaires : $0,60 \pm 0,22$ Ma, $0,66 \pm 0,13$ Ma et $0,70 \pm 0,20$ Ma. Dans ce cas, l'âge TL ($0,82 \pm 0,14$ Ma) est un peu plus vieux que les âges ESR.

Le sommet de la nappe T4_{AZN} (+60-67 m), qui semble être constituée par deux nappes emboîtées datées respectivement de $0,78 \pm 0,24$ Ma et $0,93 \pm 0,20$ Ma, serait corrélée avec le niveau TD8 où un âge TL de $0,82 \pm 0,14$ Ma et un âge ESR/U-Th combiné de $0,60 \pm 0,05$ Ma ont été déterminés. La base de T4_{AZN} est quant à elle corrélable avec les niveaux TD6 et TD7. En effet ces niveaux ont livré des âges ESR sur quartz compris dans un intervalle de $0,80$ à $0,88$ Ma, des âges ESR/U-Th sur dents compris entre $0,78$ et $0,86$ Ma et un âge TL de $0,96 \pm 0,14$ ka. La limite Matuyama-Brunhes serait ainsi corrélée entre le sommet du niveau TD7 et la séparation entre les deux nappes emboîtées de la nappe la nappe T4_{AZN}.

Finalement, les niveaux TD5 et TD3-4 ayant donné des âges aux environs de $0,94 - 1$ Ma seraient corrélés avec la dernière nappe datée dans la vallée de l'Arlanzón, la nappe T3_{AZN} (+70-78 m) pour laquelle un âge de $1,09 \pm 0,24$ Ma a été obtenu. Le niveau TD1 daté de $1,18$ Ma serait quant à lui corrélé avec une des nappes supérieures non encore datées de la vallée de l'Arlanzón.

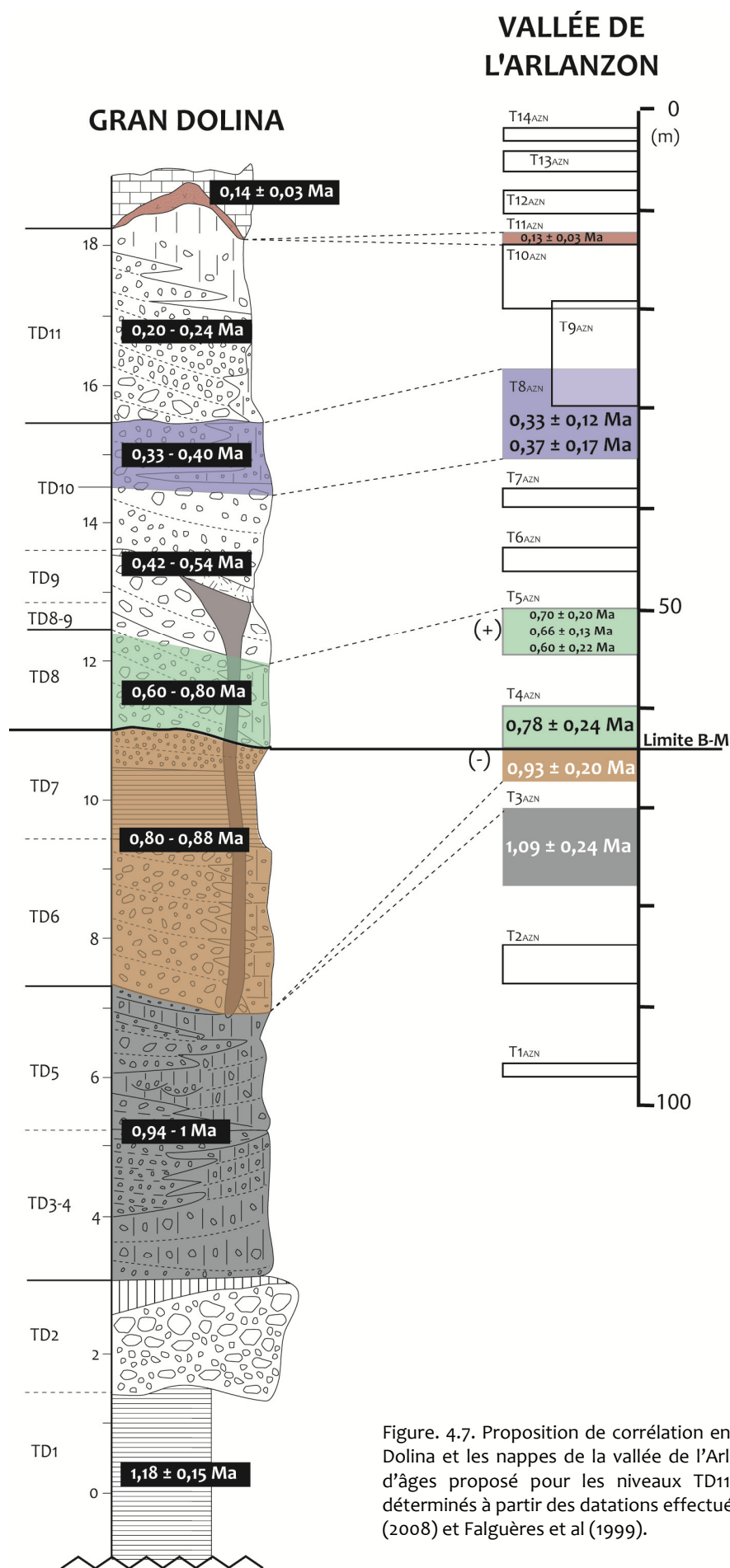


Figure. 4.7. Proposition de corrélation entre le site de Gran Dolina et les nappes de la vallée de l'Arlanzón. L'intervalle d'âges proposé pour les niveaux TD11 et TD8 ont été déterminés à partir des datations effectuées par Berger et al (2008) et Falguères et al (1999).

CHAPITRE 9

Conclusions et perspectives

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

L'un des objectifs de ce travail était d'évaluer le potentiel de la datation de gisements en contexte karstique par la méthode de l'ESR sur quartz à travers l'application de cette méthode sur des échantillons provenant du site archéologique de Gran Dolina dans la Sierra de Atapuerca. Dans un deuxième temps, la datation des systèmes de fluviales des vallées de l'Arlanzón, l'Arlanza et le Pico avait un double objectif. D'une part, mettre en place un cadre chronostratigraphique régional permettant de positionner chronologiquement les sites archéologiques repérés dans ce type de contexte. D'autre part, essayer d'établir les relations existantes entre la formation du karst multiniveaux de la Sierra de Atapuerca et l'évolution de la vallée de l'Arlanzón. La corrélation des nappes fluviales et des différents niveaux du site de Gran Dolina constituait ainsi le but majeur de cette thèse.

Les datations obtenues tout au long du remplissage karstique de Gran Dolina démontrent tout le potentiel de la méthode ESR sur quartz optiquement blanchi (ESR-OB) dans ce type de contexte sédimentaire. En effet, à l'échelle d'une séquence sédimentaire de près de 20 m d'épaisseur, les âges ESR s'avèrent globalement cohérents avec le cadre chronostratigraphique existant. Ce cadre avait été établi à partir des études de la faune, d'analyses paléomagnétiques et de l'application de méthodes de datation telles que la luminescence (TL ou IRSL) ou l'ESR/U-Th combinée sur les niveaux TD6 à TD11 (Berger et al., 2008; Falguères et al., 1999; Parés & Pérez-González, 1999).

Ces résultats indiquent que la méthode ESR-OB permet de dater les sites en grotte, ayant piégé des sédiments provenant de l'extérieur, du Pléistocène inférieur jusqu'au Pléistocène

supérieur. Ce dernier point constitue le principal avantage de l'ESR-OB face à d'autres méthodes de datations radiométriques (U-Th) ou paléodosimétriques comme la luminescence. À l'heure actuelle, cette dernière ne peut en effet pas être applicable à des sédiments très anciens du fait d'une saturation rapide des centres paramagnétiques concernés. Cet inconvénient n'a pour l'instant pas été rencontré dans l'étude du signal d'aluminium dans le cadre de la datation par ESR-OB.

L'étude géochronologique des systèmes fluviaux qui a été menée dans les vallées de l'Arlanzón et de l'Arlanza a livré de résultats cohérents avec le cadre chronostratigraphique de chaque vallée, établi à partir des études géomorphologiques et paléomagnétiques. Ces résultats confirment ainsi l'efficacité et la pertinence de la datation des sédiments en contexte fluvial par la méthode de l'ESR-OB. Par contre, le fait d'avoir maintenant des points de repères chronologiques datés par des méthodes absolues indiquent que le modèle régional établi en 2004 pour corréler l'histoire des deux vallées a dû être révisé. Le nouveau modèle construit à partir des âges radiométriques met en évidence une différence de vitesse d'incision entre ces deux vallées. Parmi les conséquences de la vitesse d'incision plus faible dans la vallée de l'Arlanzón, on notera l'existence de nappes emboîtées dans la vallée de l'Arlanzón et un décalage d'une vingtaine de mètres entre les nappes hautes des deux vallées.

À partir de ces deux premiers points, la possibilité de datation en grotte et l'efficacité de la datation des niveaux fluviaux, il a été possible de corréler les nappes fluviales de la vallée de l'Arlanzón avec les niveaux stratigraphiques du remplissage de Gran Dolina. Les résultats obtenus permettent de mettre en relation l'évolution de ces deux systèmes avec comme exemple marquant, le début du remplissage de Gran Dolina contemporain de la mise en place des nappes T_{1AZN} et T_{2AZN}, le synchronisme du dépôt du niveau fossilifère de TD6 avec celui de la base de la nappe T_{4AZN} et enfin, la corrélation entre le sommet de TD10 (TD10-1 et TD10-2) et la nappe T_{8AZN}.

La possibilité de corrélation, grâce à l'utilisation des données ESR et des données préexistantes (faune, paléomagnétisme, datations...), entre ces deux systèmes ne s'arrête pas à Gran Dolina mais elle peut être appliquée aux séquences stratigraphiques d'autres sites importants de la Trinchera del Ferrocarril (Sierra de Atapuerca) tels que Galería ou Sima del Elefante. Un modèle de corrélation entre les principaux sites présents dans le niveau intermédiaire du système karstique multiniveaux de la Sierra de Atapuerca (Gran Dolina, Galería et Sima del Elefante) et les nappes fluviales de la vallée de l'Arlanzón a ainsi été proposé (Fig. 4.8). Ce modèle corrobore l'hypothèse de corrélation entre le niveau TD1 de Gran Dolina et le niveau TE9 de la Sima del Elefante confirmant ainsi la grande ancienneté des restes humains des deux sites archéologiques. La contemporanéité du sommet de TD10 (TD10-1 et TD10-2) de Gran Dolina

avec la base du niveau TGII de Galeria semble cohérente d'un point de vue chronologique. L'apparition d'une industrie lithique à bifaces à Gran Dolina confirmerait cette corrélation.

Afin de conforter ce modèle, la datation systématique par la méthode ESR-OB des niveaux des remplissages de Galería et de la Sima del Elefante devrait être réalisée. Cette étude permettrait en outre de confirmer l'applicabilité de cette méthode dans le contexte karstique. À la suite de cette étude, il n'est pas possible de confirmer ou d'infirmer le lien existant entre Penal et Dolina. Des prélèvements complémentaires, notamment à Penal, sont donc nécessaires pour répondre à cette question.

Dans le cadre des systèmes fluviaux, il apparaît essentielle d'effectuer des prélèvements dans les nappes des vallées de l'Arlanza et de l'Arlanzón non datées lors de ce travail afin de compléter le modèle régional de mise en place des vallées fluviales, notamment grâce aux nappes les plus hautes qui permettront de situer précisément le début de l'incision des vallées du NE du bassin du Duero. La datation de ces premières nappes apportera des renseignements sur les liens existants entre les différentes phases de creusement des galeries supérieures, les plus anciennes, de la Sierra de Atapuerca et l'évolution géomorphologique du bassin au Pléistocène inférieur.

Dans la vallée de l'Arlanza, multiplier les prélèvements dans les nappes échantillonnées dans le but de préciser et confirmer les âges déjà obtenus. Par ailleurs, un contrôle géologique devra être effectué au niveau de l'affleurement montrant un écart d'âges important entre ESR-OB et TL pour déterminer son appartenance à la T12_{AZA} ou à la T13_{AZA}. Dans la vallée de l'Arlanzón, une étude géologique et géochronologique au niveau des affleurements de la nappe T4_{AZN} est essentielle pour confirmer ou infirmer l'hypothèse d'un emboîtement des deux nappes aux alentours de la limite Brunhes-Matuyama.

Ceci permettra de choisir entre trois modèles régionaux : le premier où la nappe T4_{AZN} est divisée en deux et où le sommet est corrélé avec la T5_{AZA} et la base avec la T4_{AZA}. Le second où la nappe T4_{AZN} serait placée au dessus de la limite B-M et corrélée avec la T5_{AZA} et le troisième où cette nappe serait située en dessous de cette limite et serait donc corrélée avec la T4_{AZA}.

Enfin, des nouveaux prélèvements devraient également être effectués dans les dépôts des nappes de la vallée du Pico afin de pouvoir intégrer ce cours d'eau dans le modèle régionale de mise en place du réseau hydrographique externe.

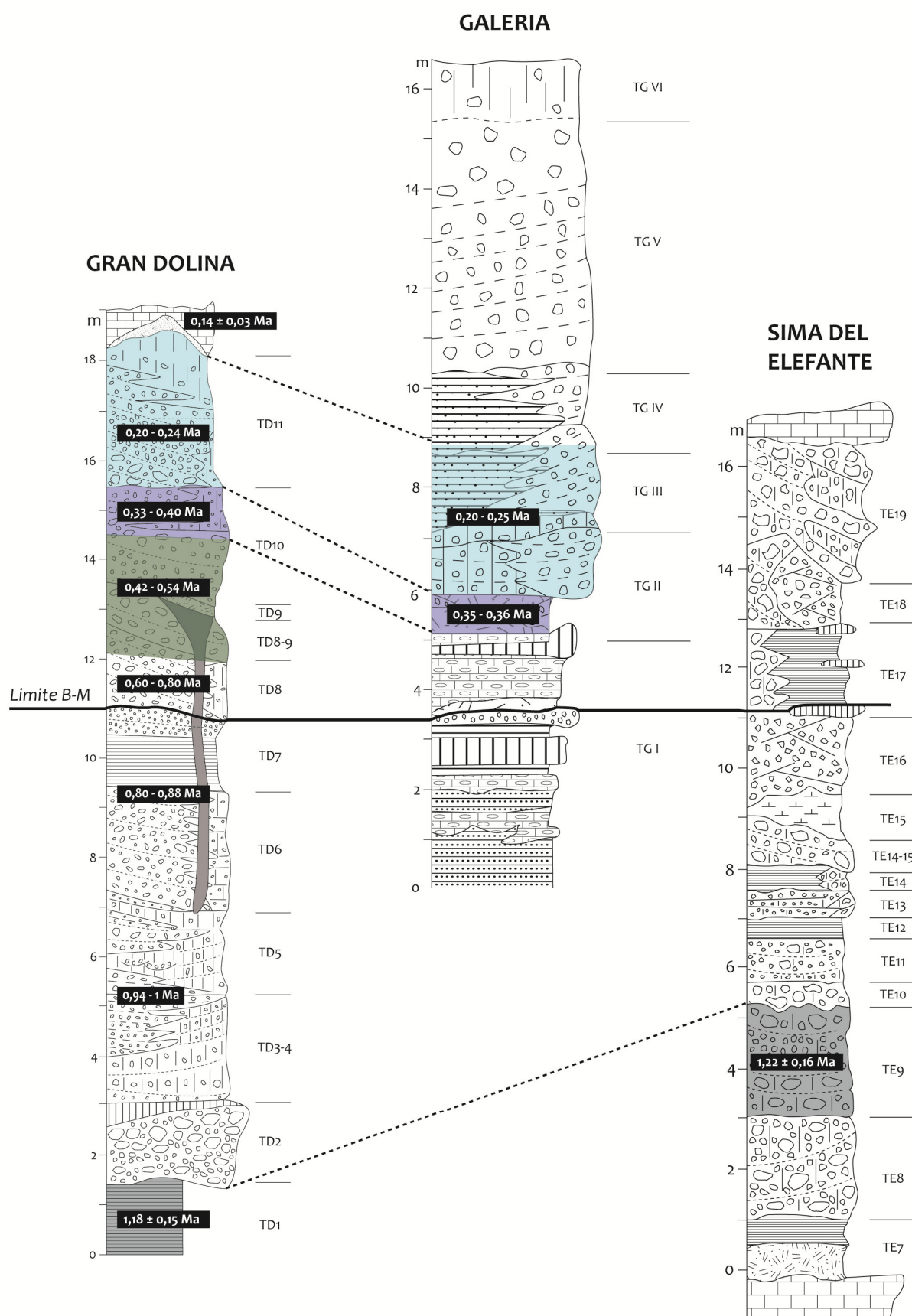


Figure 4.8. Modèle de corrélation proposé entre les sites préhistoriques de Trinchera del Ferrocarril (Gran Dolina, Galería et Sima del Elefante) d'après les données issues de ce travail et ceux disponibles à partir des études paléomagnétiques et géochronologiques (Falguères et al (1999), Berger et al (2008), Carbonell et al (2008) et Falguères et al (soumis))

Partie V : BIBLIOGRAPHIE

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

CHAPITRE 10

Bibliographie

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

- Adamiec, G., & Aitken, M. (1998). Dose-rate conversion factors: update. *Ancien TL* **16**, 37-50.
- Aguirre, E. (1994). Dating the Ibeas humans: attempts and question marks. *Cour. Forsch.-Inst. Senckenberg* **171**, 197-204.
- Aleixandre, T., & Pérez-González, A. (1999). Facies mineralógicas de las arenas de los rellenos kársticos de la Sierra de Atapuerca (Burgos). Dans "Contribución del estudio científico de las cavidades kársticas al conocimiento geológico." (B. Andreo, F. Carrasco, & J. J. Durán, Eds.), pp. 231-242. Patronato de la Cueva de Nerja, Nerja (Málaga).
- Anthony, D. M. (2004). Multilevel Caves and Landscape Evolution. Dans "Encyclopedia of Caves." (D. Culver & W. White, Eds.), pp. 397-400. Academia Press.
- Apers, D., Debuyst, R., Cannière, P., Dejeu, F., & Lombard, E. (1981). Critique de la datation par résonance paramagnétique électronique (ESR) des planchers stalagmitiques de la Caune de l'Arago. Dans "Datations et Analyses Isotopiques en Préhistoire: Méthodes et Limites." (H. Lumley, and J. Labeyrie, Eds.), pp. 533-550. CNRS, Paris.

- Arsuaga, J. L., Gracia, A., Lorenzo, C., Martínez, I., & Pérez, P. J. (1999). Resto craneal humano de Galería/Cueva de los Zarpazos (Sierra de Atapuerca, Burgos). *Arqueología en Castilla y León* 7, 233-235.
- Aydas, C., Engin, B., & Aydin, T. (2011). Radiation-induced signals of gypsum crystals analysed by ESR and TL techniques applied to dating. *Nuclear Instruments and methods in Physics Research B* 269, 417-424.
- Bahain, J. J., Falguères, C., Laurent, M., Voinchet, P., Dolo, J. M., Antoine, P., & Tuffreau, A. (2007). ESR chronology of the Somme River Terrace system and first human settlements in Northern France. *Quaternary Geochronology* 2, 356-362.
- Bahain, J.-J., Yokoyama, Y., Masaoudi, H., Falguères, C., & Laurent, M. (1994). Choix du signal à utiliser lors de la datation par résonance paramagnétique électronique (RPE) de calcites stalagmitiques quaternaires. *Compte Rendu de l'Académie des Sciences de Paris* 318, 375-379.
- Barabas, M., Mudelsee, M., Walther, R. & Mangini, A. (1992). Dose-response and thermal behaviours of the ESR signal at $g=2.006$ in carbonates. *Quaternary Science Reviews* 11, 173-179.
- Benito-Calvo, A. (2004). "Análisis geomorfológico y reconstrucción de paleopaisajes neógenos y cuaternarios en la Sierra de Atapuerca y el valle medio del río Arlanzón." *Thèse doctorale de l'Universidad Complutense de Madrid*.
- Benito-Calvo, A. & Pérez-González, A. (2002). Análisis geomorfológico de la Sierra de Atapuerca y del valle del Río Arlanzón (Provincia de Burgos). Dans "Aportaciones a la geomorfología de España en el inicio del tercer milenio." (A. Pérez-González, J. Vegas, & M. J. Machado, Eds.).
- Benito-Calvo, A., & Pérez-González, A. (2007). Erosion surfaces and Neogene landscape evolution in the NE Duero Basin (north-central Spain). *Geomorphology* 88, 226-241.
- Benito-Calvo, A., Pérez-González, A., & Parés, J. M. (2008). Quantitative reconstruction of Late Cenozoic landscapes: a case study in the Sierra de Atapuerca (Burgos, Spain). *Earth Surface Processes and Landforms* 33, 196-208.
- Berger, G. W. (1990). Regression and error analysis for a saturating-exponential-plus-linear model. *Ancien TL* 8, 23-25.

- Berger, G. W., Pérez-González, A., Carbonell, E., Arsuaga, J. L., Bermúdez de Castro, J. M., & Ku, T.-L. (2008). Luminescence chronology of cave sediments at the Atapuerca paleoanthropological site, Spain. *Journal of Human Evolution* **55**, 300-311.
- Bermúdez de Castro, J. M., Arsuaga, J. L., Carbonell, E., Rosas, A., Martínez, I., & Mosquera, M. (1997). A hominid from the Lower Pleistocene of Atapuerca, Spain: possible ancestor to neandertals and modern humans. *Science* **276**, 1392-1394.
- Bermúdez de Castro, J. M., Martínón-Torres, M., Gómez Robles, A., Prado-Simón, L., Martín-Francés, L., Lapresa, M., Olejniczak, A., & Carbonell, E. (2011). Early Pleistocene human mandible from Sima del Elefante (TE) cave site in Sierra de Atapuerca (Spain): A comparative morphological study. *Journal of Human Evolution* **61**, 1-11.
- Bermúdez de Castro, J. M., Pérez-González, A., Martínón-Torres, M., Gómez-Robles, A., Rosell, J., Prado, L., Sarmiento, S., & Carbonell, E. (2008). A new early Pleistocene hominin mandible from Atapuerca-TD6, Spain. *Journal of Human Evolution* **55**, 729-735.
- Bischoff, J. L., Williams, R. W., Rosenbauer, R. J., Aramburu, A., Arsuaga, J. L., García, N., & Cuenca Bescós, G. (2007). High-resolution U-series dates from the Sima de los Huesos hominids yields 600 kyrs: implications for the evolution of the early Neanderthal lineage *Journal of Archaeological Science* **34**, 763-770.
- Blanc, J.-J. (1997). Géodynamique et histoire du karst. Application au sud-est de la France. *Quaternaire* **8**, 91-105.
- Brennan, B. (2003). Beta doses to spherical grains. *Radiation Measurements* **37**, 299-303.
- Brennan, B., Lyons, R., & Phillips, S. (1991). Attenuation of alpha particle track dose for spherical grains. *Nucl. tracks Radiat. Meas.* **18**, 249-253.
- Carbonell, E., Bermúdez de Castro, J. M., Arsuaga, J. L., Díez, J. C., Cuenca Bescós, G., Sala, R., Mosquera, M., & Rodríguez, X. P. (1995). Lower Pleistocene hominids and artefacts from Atapuerca-TD6 (Spain). *Science* **269**, 826-830.
- Carbonell, E., Mosquera, M., Rodríguez, X. P., and Sala, R. (1996). The first human settlement of Europe. *Journal of Anthropological Research* **52**, 107-114.
- Carbonell, E., García-Antón, M. D., Mallol, C., Mosquera, M., Ollé, A., Rodríguez, X. P., Sahnouni, M., Sala, R., & Vergés, J. M. (1999). The TD6 level lithic industry from Gran Dolina, Atapuerca (Burgos, Spain): production and use. *Journal of Human Evolution* **37**, 653-693.

- Carbonell, E., Mosquera, M., Ollé, A., Rodríguez, X. P., Sahnouni, M., Sala, R., & Vergés, J. M. (2001). Structure morphotechnique de l'industrie lithique du Pléistocène inférieur et moyen d'Atapuerca (Burgos, Espagne). *L'Anthropologie* **105**, 259-280
- Carbonell, E., Bermúdez de Castro, J. M., Parés, J. M., Pérez-González, A., Cuenca Bescós, G., Ollé, A., Mosquera, M., Huguet, R., Van der Made, J., Rosas, A., Sala, R., Vallverdú, J., García, N., Granger, D. E., Martínón-Torres, M., Rodríguez, X. P., Stock, G. M., Vergés, J. M., Allué, E., Burjachs, F., Cáceres, I., Canals, A., Benito, A., Díez, J. C., Lozano, M., Mateos, A., Navazo, M., Rodríguez, J., Rosell, J., & Arsuaga, J. L. (2008). The first hominin of Europe. *Nature* **452**.
- Cuenca Bescós, G., Laplana Conesa, C., & Canudo, J. I. (1999). Biochronological implications of the Arvicolidae (Rodentia, Mammalia) from the Lower Pleistocene hominid-bearing level of Trinchera Dolina 6 (TD6, Atapuerca, Spain). *Journal of Human Evolution* **37**, 353-373.
- Cuenca Bescós, G., & García, N. (2007). Biostratigraphic succession of the Early and Middle Pleistocene mammal faunas of the Atapuerca caves sites (Burgos, Spain). *Cour. Forsch. Inst. Senckenberg* **259**, 99-110.
- Cuenca Bescós, G., Rofes, J., López-García, J. M., Blain, H.-A., De Marfá, R. J., Galindo-Pellicena, M. A., Bennàsar, M., Melero-Rubio, M., Arsuaga, J. L., Bermúdez de Castro, J. M., & Carbonell, E. (2010). Biochronology of Spanish Quaternary small vertebrate faunas. *Quaternary International* **212**, 109-119.
- Cuenca Bescós, G., Melero-Rubio, M., Rofes, J., Martínez, I., Arsuaga, J. L., Blain, H.-A., López-García, J. M., Carbonell, E., & Bermúdez de Castro, J. M. (2011). The Early-Middle Pleistocene environmental and climatic change and the human expansion in Western Europe: A case study with small vertebrates (Gran Dolina, Atapuerca, Spain). *Journal of Human Evolution* **60**, 481-491.
- De Waele, J., Plan, L., and Audra, P. (2009). Recent developments in surface and subsurface karst geomorphology: An introduction. *Geomorphology* **106**, 1-8.
- Despriée, J., Gageonnet, R., Voinchet, P., Bahain, J.-J., Falguères, C., Varache, F., Courcimault, G., and Dolo, J.-M. (2006). Une occupation humaine au Pléistocène inférieur sur la bordure nord du Massif central. *Comptes Rendus Palevol* **5**, 821-828.

- Despriée, J., Voinchet, P., Bahain, J.-J., Falguères, C., Lorain, J. M., & Duvalard, J. (2003). Les nappes alluviales pléistocènes du Loir dans la région de Vendôme (Loir-et-Cher, France): contexte morphosédimentaire et chronologie RPe. *Quaternaire* **14**, 207-218.
- Díez-Martín, F. (2010). Evaluating the effect of plowing on the archaeological record: The early middle palaeolithic in the river Duero basin plateaus (north-central Spain). *Quaternary International* **214**, 30-43.
- Dolo, J.-M., & Moignau, F. (2005). Use of the entire spectrum of irradiated alanine for dosimetry. *Applied Radiation and Isotopes* **62**, 281-285.
- Dolo, J.-M., Lecerf, N., Mihajlovic, V., Falguères, C., & Bahain, J.-J. (1996). Contribution of ESR dosimetry for Irradiation of geological and archaeological samples with a ^{60}Co Panoramic source. *Applied Radiation and Isotopes* **47**, 1419-1421.
- Dolo, J.-M., Raffi, J., Garcia, T., & Talbi, S. (2008). Étude des radicaux de l'alanine irradiée à l'état solide: Conséquences pour la dosimétrie par RPE. *Revue Française de Métrologie* **14**, 41-50.
- Duttine, M., Villeneuve, G., Bechtel, F., & Demazeau, G. (2002). Caractérisation par résonance paramagnétique électronique (RPE) de quartzs naturels issus de différentes sources. *C.R. Geoscience* **334**, 949-955.
- Duval, M. (2008). "Evaluation du potentiel de la méthode de datation par Résonance de Spin Electronique (ESR) appliquée aux gisements du Pléistocène inférieur: étude des gisements d'Orce (bassin de Guadiz-Baza, Espagne) et contribution à la connaissance des premiers peuplements de l'Europe". *Thèse doctorale du Muséum Nationale d'Histoire Naturelle de Paris*.
- Duval, M., Grün, R., Falguères, C., Bahain, J.-J., & Dolo, J.-M. (2009). ESR dating of Lower Pleistocene fossil teeth: Limits of the single saturating exponential (SSE) function for the equivalent dose determination. *Radiation Measurements* **44**, 477-482.
- Duval, M., Moreno, D., Shao, Q., Voinchet, P., Falguères, C., Bahain, J.-J., García, T., García, J., and Martínez, K. (2011). Datación por ESR del yacimiento arqueológico del Pleistoceno inferior de Vallparadís (Terrassa, Cataluña, España). *Trabajos de Prehistoria* **68**, n°1, 7-24.
- Falguères, C. (1986). "Datation de sites acheuléens et moustériens du Midi méditerranéen par la méthode de résonance de spin électronique." *Thèse doctorale du Muséum National d'Histoire Naturelle de Paris*.

- Falguères, C., Yokoyama, Y., & Quaegebeur, J.-P. (1991). Datation par la résonance de spin électronique (ESR) de sédiments quaternaires. Dans "Actes des Symposiums 11 et 17 de la 11ème R.S.T., ." (D. e. C. d. M. Pléistocènes, Ed.), pp. 39-52. Cahiers du Quaternaire, n°16, Clermont-Ferrand, 1986.
- Falguères, C., Bahain, J.-J., & Saleki, H. (1997). U-series and ESR dating of teeth from Acheulian and Mousterian levels at La Micoque (Dordogne, France). *Journal of Archaeological Science* **24**, 537-545.
- Falguères, C., Bahain, J.-J., Yokoyama, Y., Arsuaga, J. L., Bermúdez de Castro, J. M., Carbonell, E., Bischoff, J. L., & Dolo, J.-M. (1999). Earliest humans in Europe: the age of TD6 Gran Dolina, Atapuerca, Spain. *Journal of Human Evolution* **37**, 343-352.
- Falguères, C., Bahain, J.-J., Yokoyama, Y., Bischoff, J. L., Arsuaga, J. L., Bermúdez de Castro, J. M., Carbonell, E., & Dolo, J.-M. (2001). Datation par RPE et U-Th des sites pléistocènes d'Atapuerca: Sima de los Huesos, Trinchera Dolina et Trinchera Galería. Bilan Géochronologique. *L'Anthropologie* **105**, 71-81.
- Falguères, C., Bahain, J.-J., Duval, M., Shao, Q., Han, F., Lebon, M., Mercier, N., Pérez-González, A., Dolo, J.-M., & Garcia, T. (2010). A 300-600 ka ESR/U-series chronology of Acheulian sites in Western Europe. *Quaternary International* **223-224**, issue 1, 293-298.
- Falguères, C., Bahain, J.-J., Pérez-González, A., Bischoff, J.-L., Ollé, A., Moreno, D., Dolo, J.-M., Vallverdú, J., Carbonell, E., Bermúdez de Castro, J.-M. & Arsuaga, J.-L (soumis). Combined ESR/U-Series chronology of Hominid-bearing layers at Galeria site, Atapuerca (Spain). *Quaternary Geochronology*.
- Fernández-Jalvo, Y. (1995). Small mammal taphonomy at La Trinchera de Atapuerca (Burgos, Spain). A remarkable example of taphonomic criteria used for stratigraphic correlations and palaeoenvironment interpretations. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* **114**, 167-195.
- Fernández-Jalvo, Y., Díez, J. C., Bermúdez de Castro, J. M., Carbonell, E., & Arsuaga, J. L. (1996). Evidence of Early cannibalism. *Science* **271**, 277-278.
- Ford, D., & Williams, P. (2007). "Karst hydrogeology and geomorphology". Ed. John Wily & Son, Ltd. 562 pp

- Gil, E., Aguirre, E., & Hoyos, M. (1987). Contexto estratigráfico. Dans "El hombre fósil de Ibeas y el Pleistoceno de la Sierra de Atapuerca." (E. Aguirre, E. Carbonell, and J. M. Bermúdez de Castro, Eds.), pp. 47-45. Junta de Castilla y León. Consejería de Cultura y Bienestar Social, Valladolid.
- Grün, R. (1989). Electron spin resonance (ESR) dating. *Quaternary International* **1**, 65-109.
- Grün, R. (1990). Dose response of the paramagnetic centre at $g=2.0007$ in corals. *Ancien TL* **8**, 20-22.
- Grün, R. (1994). A cautionary note: use of the "water content" and "depth for cosmic ray dose rate" in AGE and DATA. *Ancien TL* **12**, 50-51.
- Grün, R. (1997). Electron Spin Resonance Dating. Dans "Chronometric Dating in Archaeology." (T. a. Aitken, Ed.), pp. 217-260. Plenum Press, New York.
- Grün, R., & McDonald, P. D. (1989). Non-linear fitting of TL/ESR dose-response curves. *Applied Radiation and Isotopes* **40**, 1077-1080.
- Grün, R., & McDermott, F. (1994). Open system modelling for U-series and ESR dating of teeth. *Quaternary Geochronology* **13**, 121-125.
- Grün, R., Schwarcz, H. P., & Chadam, J. (1988). ESR dating of tooth enamel: coupled correction for U-uptake and U-series disequilibrium. *Nucl. tracks Radiat. Meas.* **14**, 237-241.
- Halliburton, L. E. (1989). ESR and optical characterization of point defects in quartz. *Applied Radiation and Isotopes* **40**, 859-865.
- Hoffman, D., Woda, C., & Mangini, A. (2003). Equivalent dose determination in foraminifera: analytical description of the CO_2 : signal dose-response curve. *Radiation Measurements* **37**, 95-101.
- Hoyos, M., & Aguirre, E. (1995). El registro paleoclimático pleistoceno en la evolución del karst de Atapuerca (Burgos): el corte de Gran Dolina. *Trabajos de Prehistoria* **52**, 31-45.
- Huguet, R. (2007). "Primeras ocupaciones humanas en la Península Ibérica: Paleoeconomía en la Sierra de Atapuerca (Burgos) y la cuenca de Guadix-Baza (Granada) durante el Pleistoceno inferior." *Thèse doctoral de l'Universitat Rovira i Virgili de Tarragone (Espagne)*.

- Ikeda, S., & Ikeya, M. (1992). Electron Spin Resonance (ESR) signals in natural and synthetic gypsum: an application of ESR to the Age estimation of Gypsum precipitates from San Andreas fault. *Japanese Journal of Applied Physics* **13**, 136-138.
- Ikeya, M. (1975). Dating a stalactite by electron paramagnetic resonance. *Nature* **255**, 48-50.
- Ikeya, M. (1978). Electron spin resonance as a method of dating. *Archaeometry* **20**, 147-158.
- Ikeya, M. (1993). "New applications of electron spin resonance - dating, dosimetry and microscopy". World Scientific Publishing. 500 pp
- Kuntz, F., Chabanaïs, B., Karamanoukian, D., Delpech, J. P., & Marchioni, E. (1998). Dosimétrie RPE - alanine, étude de faisabilité et applications possibles. *J. Chim. Phys* **95**, 796-799.
- Laurent, M. (1993). "Datation par résonance de spin électronique (ESR) de quartz de formations quaternaires: comparaison avec la paléomagnétisme." *Thèse doctorale du Muséum National d'Histoire Naturelle de Paris*.
- Laurent, M., Falguères, C., Bahain, J.-J., Rousseau, L., & Van Vliet Lanoé, B. (1998). ESR dating of quartz extracted from Quaternary and Neogene sediments: Method, potential and actual limits. *Quaternary Geochronology* **17**, 1057-1062.
- Lin, M., Yin, G., Ding, Y., Cui, Y., Chen, K., Wu, C., & Xu, L. (2006). Reliability study on ESR dating of the aluminium center in quartz. *Radiation Measurements* **41**, 1045-1049.
- Liu, C., Yin, G., Gao, L., Bahain, J.-J., Li, J., Lin, M., & Chen, S. (2010). ESR dating of Pleistocene archaeological localities of the Nihewan Basin, North China – Preliminary results. *Quaternary Geochronology* **5**, 385-390.
- López-García, J. M., Blain, H.-A., De Marfá, R. J., García, A., Martinell, J., Bennàsar, M., & Cuenca Bescós, G. (2011). Small-mammals from the Middle Pleistocene layers of the Sima del Elefante (Sierra de Atapuerca, Burgos, northwestern Spain). *Geologica Acta* **9**, 29-43.
- Made, J. v. d. (1999). Ungulates from Atapuerca TD6. *Journal of Human Evolution* **37**, 389-413.
- Mallol, C. & Carbonell, E. (2008). The collapse of Gran Dolina Cave, Sierra de Atapuerca, Spain: Site Formation Processes of Layer TD10-1. *Geoarchaeology: An International Journal* **23**, 13-41.
- McMorris, D. W. (1971). Impurity color centers in quartz and trapped electron dating: electron spin resonance, thermoluminescence studies. *Journal of Geophysical Research* **76**, 7875-7887.

- Ollé, A., Mosquera, M., Saladié, P., Huguet, R., Rosell, J., Cáceres, I., Lorenzo, C., Vallverdú, J., Rodríguez, X. P., García Antón, M. D., Díez, J. C., Lozano, M., Sala, R., Canals, A., & Carbonell, E. (2010). The early Pleistocene archaeological record from Sierra de Atapuerca (Burgos, Spain). Dans "The Earliest Inhabitants of the Caucasus and Hominid dispersals at Eurasia / Drevneishie obitateli Kavkaza i rasselenie predkov cheloveka v Evrazii." (S. A. Vasil'ev, and V. E. Schelinsky, Eds.), pp. 225-242, St. Petersburg: Peterburgskoe vostokovedenie.
- Ortega, A. I. (2009). "La evolución geomorfológica del karst de la Sierra de Atapuerca (Burgos) y su relación con los yacimientos pleistocenos que contiene." *Thèse doctorale de l'Universidad de Burgos (Espagne)*
- Ortega, A. I., Benito, A., Porres, J., Pérez-González, A., & Martín Merino, M. Á. (2010). Applying Electrical Resistivity Tomography to the Identification of Endokarstic Geometries in the Pleistocene Sites of the Sierra de Atapuerca (Burgos, Spain). *Archaeological Prospection* **17**, 223-245.
- Parés, J. M., & Pérez-González, A. (1995). Paleomagnetic age for hominid fossils at Atapuerca archaeological site, Spain. *Science* **269**, 830-832.
- Parés, J. M., & Pérez-González, A. (1998). Contexto estratigráfico y cronológico de Gran Dolina (Yacimiento de Atapuerca). Dans "Atapuerca y la evolución humana." (E. Aguirre, Ed.), pp. 49-60. Fundación Ramón Areces, Madrid.
- Parés, J. M., & Pérez-González, A. (1999). Magnetochronology and stratigraphy at Gran Dolina section, Atapuerca (Burgos, Spain). *Journal of Human Evolution* **37**, 325-342.
- Parés, J. M., Pérez-González, A., Rosas, A., Benito, A., Bermúdez de Castro, J. M., Carbonell, E., & Huguet, R. (2006). Matuyama-age lithic tools from the Sima del Elefante site, Atapuerca (northern Spain). *Journal of Human Evolution* **50**, 163-169.
- Pérez-González, A., Martín-Serrano, A., & Pol, C. (1994). Depresión del Duero. Dans "Geomorfología de España." (M. Gutiérrez, Ed.), pp. 351-388. Rueda, Alcorcón, Madrid.
- Pérez-González, A., Parés, J. M., Carbonell, E., Aleixandre, T., Ortega, A. I., Benito, A., & Martín Merino, M. Á. (2001). Géologie de la Sierra de Atapuerca et stratigraphie des remplissages karstiques de Galería et Dolina (Burgos, Espagne). *L'Anthropologie* **105**, 27-43.

- Pérez-González, A., Parés, J. M., Gallardo, J., Aleixandre, T., Ortega, A. I., & Pinilla, A. (1999). Geología y estratigrafía del relleno de Galería de la Sierra de Atapuerca (Burgos). Dans "ATAPUERCA: Ocupaciones humanas y paleoecología del yacimiento de Galería." (J. d. C. y. L. C. d. E. y. Cultura, Ed.), pp. 31-42, España.
- Pineda, A. (1997). Mapa Geológico de España escala 1:50 000, 2ª Serie (MAGNA). Hoja de Burgos, 200 (19-10) (IGME, Ed.). Serv. Pub. Mº Industria, Madrid.
- Pirouelle, F. (2006). "Contribution méthodologique à la datation, par les méthodes U/Th et résonance de spin électronique, de sites moustériens de Ligurie, de Grance et de Belgique." *Thèse doctorale du Muséum National d'Histoire Naturelle de Paris*.
- Pirouelle, F., Bahain, J.-J., Falguères, C., & Dolo, J.-M. (2007). Study of the effect of a thermal treatment on the D_E determination in ESR dating of speleothems. *Quaternary Geochronology* **2**, 386-391.
- Prescott, J. R., & Stephan, L. G. (1982). The contribution of cosmic radiation to the environmental dose for thermoluminescence dating. *PACT* **6**, 17-25.
- Prescott, J. R., & Hutton, J. T. (1988). Cosmic ray and gamma ray dosimetry for TL and ESR. *Nuclear Tracks Radiation Measurements* **14**, 223-227.
- Prescott, J. R., & Hutton, J. T. (1994). Cosmic ray contributions to dose rates for luminescence and ESR dating: Large depths and long-term time variations. *Radiation Measurements* **23**, 497-500.
- Preusser, F., Chithambo, M., L., Götte, T., Martini, M., Ramseyer, K., Sendezera, E. J., Susino, G. J., & Wintle, A. G. (2009). Quartz as a natural luminescence dosimeter. *Earth-Science Reviews* **97**, 184-214.
- Regulla, D. F., & Deffner, U. (1982). Dosimetry by ESR spectroscopy of alanine. *Int. J. Appl. Radiat. Isot* **33**, 1101-1114.
- Rodríguez, J., Burjachs, F., Cuenca Bescós, G., García, N., Van der Made, J., Pérez-González, A., Blain, H.-A., Expósito, I., Lopez-García, J. M., García Antón, M., Allué, E., Cáceres, I., Huguet, R., Mosquera, M., Ollé, A., Rosell, J., Parés, J. M., Rodríguez, X. P., Díez, J. C., Rofes, J., Sala, R., Saladié, P., Vallverdú, J., Bennàsar, M., Blasco, R., Bermúdez de Castro, J. M., & Carbonell, E. (2011). One million years of cultural evolution in a stable environment at Atapuerca (Burgos, Spain). *Quaternary Science Reviews* **30**, 1396-1412.

- Rodríguez, X. P., Carbonell, E., & Ortega, A. I. (2001). Historique des découvertes préhistoriques de la Sierra de Atapuerca (Burgos, Espagne) et perspectives du futur. *L'Anthropologie* **105**, 3-12.
- Rosas, A., Huguet, R., Pérez-González, A., Carbonell, E., Bermúdez de Castro, J. M., Vallverdú, J., Van der Made, J., Allué, E., García, N., Martínez-Pérez, R., Rodríguez, J., Sala, R., Saladié, P., Benito, A., Martínez-Maza, C., Bastir, M., Sanchez, A., & Parés, J. M. (2006). The "Sima del Elefante" cave site at Atapuerca (Spain). *Estudios Geológicos* **62**, 327-348
- Rosas, A., Pérez-González, A., Carbonell, E., Van der Made, J., Sanchez, A., Laplana Conesa, C., Cuenca Bescós, G., Parés, J. M., & Huguet, R. (2001). Le gisement pléistocène de la "Sima del Elefante" (Sierra de Atapuerca, Espagne). *L'Anthropologie* **105**, 301-312.
- Schwarcz, H. P. (1985). ESR studies of tooth enamel. *Nucl. Tracks* **10**, 865-867.
- Strahler, A. (1987). "Geología física" Ediciones Omega S.A. 629 pp.
- Tissoux, H., Falguères, C., Voinchet, P., Toyoda, S., Bahain, J.-J., & Despriée, J. (2007). Potential use of Ti-center in ESR dating of fluvial sediment. *Quaternary Geochronology* **2**, 367-372.
- Toyoda, S., & Falguères, C. (2003). The methode to represent the ESR signal intensity of the aluminium hole center in quartz for the purpose of dating. *Advances in ESR Applications* **20**, 7-10.
- Toyoda, S., Voinchet, P., Falguères, C., Dolo, J.-M., & Laurent, M. (2000). Bleaching of ESR signals by the sunlight: a laboratory experiment for establishing the ESR dating of sediments. *Applied Radiation and Isotopes*, 1357-1362.
- Valladas, G. (1982). Mesure de la dose gamma annuelle de l'environnement d'un site archéologique par un dosimètre TL. 2nd specialist seminar on TL dating. *PACT* **6**.
- Vallverdú, J., Courty, M.-A., Carbonell, E., Canals, A., & Burjachs, F. (2001). Les sédiments d'Homo Antecessor de Gran Dolina (Sierra de Atapuerca, Burgos, Espagne). Interprétation micromorphologique des processus de formation et enregistrement paléoenvironnemental des sédiments. *L'Anthropologie* **105**, 45-69
- Voinchet, P. (2002). "Datation par résonance paramagnétique électronique (RPE) de quartz blanchis extraits de sédiments fluviaux pléistocènes: contribution méthodologique et application aux systèmes de la Creuse, du Loir et de l'Yonne". *Thèse doctorale du Muséum National d'Histoire Naturelle de Paris*

- Voinchet, P., Falguères, C., Laurent, M., Toyoda, S., Bahain, J.-J., & Dolo, J.-M. (2003). Artificial optical bleaching of the Aluminium center in quartz implications to ESR dating of sediments. *Quaternary Science Reviews* **22**, 1335-1338.
- Voinchet, P., Bahain, J.-J., Falguères, C., Laurent, M., Despriée, J., Gageonnet, R., & Chaussé, C. (2004). ESR dating of quartz extracted from Quaternary sediments: application to fluvial terraces system of northern France. *Quaternaire* **15**, 135-141.
- Voinchet, P., Falguères, C., Tissoux, H., Bahain, J.-J., Despriée, J., & Pirouelle, F. (2007). ESR dating of fluvial quartz: Estimate of the minimal distance transport required for getting a maximum optical bleaching. *Quaternary Geochronology* **2**, 363-366.
- Voinchet, P., Despriée, J., Tissoux, H., Falguères, C., Bahain, J.-J., Gageonnet, R., Dépont, J., & Dolo, J.-M. (2010). ESR chronology of alluvial deposits and first human settlements of the Middle Loire Basin (Region Centre, France). *Quaternary Geochronology* **5**, 381-384.
- Walther, R., & Zilles, D. (1994). ESR studies on bleached sedimentary quartz. *Quaternary Geochronology (Quaternary Science Reviews)* **13**, 611-614.
- Walther, R., Barabas, M., & Mangini, A. (1992). Basic ESR studies on recent corals. *Quaternary Science Reviews* **11**, 191-196.
- Weil, J. A. (1984). A review of electron spin spectroscopy and its application to the study of paramagnetic defects in crystalline quartz. *Phys. Chem. Minerals* **10**, 149-165.
- Yang, G., Zhang, X., Tian, M., Brierley, G., Chen, A., Ping, Y., Ge, Z., Ni, Z., & Yang, Z. (2011). Alluvial terrace systems in Zhangjiajie of northwest Hunan, China: Implications for climatic change, tectonic uplift and geomorphic evolution. *Quaternary International* **233**, 27-39.
- Yokoyama, Y., Nguyen, H. V., Quaegebeur, J. P., & Poupeau, G. (1982). Some problems encountered in the evaluation of annual dose-rate in the electron spin resonance dating of fossil bones. *PACT* **6**.
- Yokoyama, Y., Falguères, C., & Quaegebeur, J. P. (1985). ESR dating of quartz from quaternary sediments: First attempt. *Nucl. Tracks* **10**, 921-928
- Yokoyama, Y., Quaegebeur, J. P., Bibron, R., Leger, C., Nguyen, H. V., & Poupeau, G. (1981). Electron spin resonance (ESR) dating of fossil bones of the Caune of l'Arago at Tautavel. . Dans "Absolute dating and isotope analysis in prehistory methods and limits proceeding." (D. L. e. Labeyrie, Ed.), pp. 457-492. CNRS.

Zavoisky, E. (1945). Spin-magnetic resonance in paramagnetics. *J. Phys.* **9**, 245

Zeller, E. J., Levy, P. W., & Mattern, P. L. (1967). Geologic dating by Electron Spin Resonance.
Proceedings of the Symposium on radioactive dating and low level counting, 531-539.

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Partie VI : ANNEXES

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

ANNEXE 1:

Cartes de distribution spatiale

Cette annexe rassemble toutes les cartes de distribution spatiale des doses réellement absorbées par les échantillons de quartz au cours des irradiations en masse effectuées en mai et octobre 2008.

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

IRRADIATION EN MASSE : *Mai 2008*

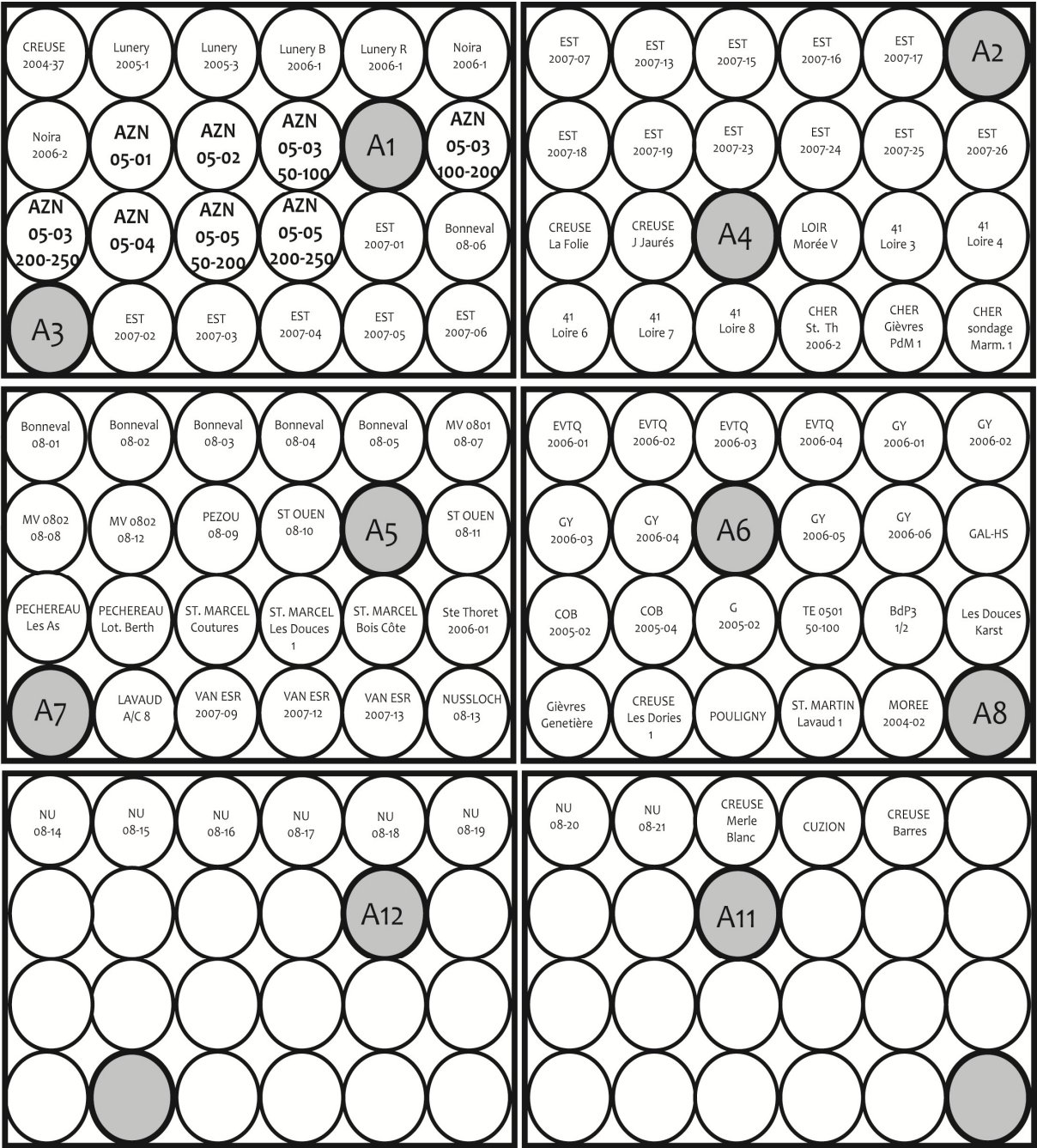


Figure Annexe 1.1. Représentation schématique de l’une de dix plaques de l’irradiation en masse de mai 2008. La disposition des piluliers (en gris : A1 à A11) parmi les piluliers de quartz (en blanc) est la même pour chaque dose d’irradiation. **En gras**, les échantillons présentés dans ce travail.

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

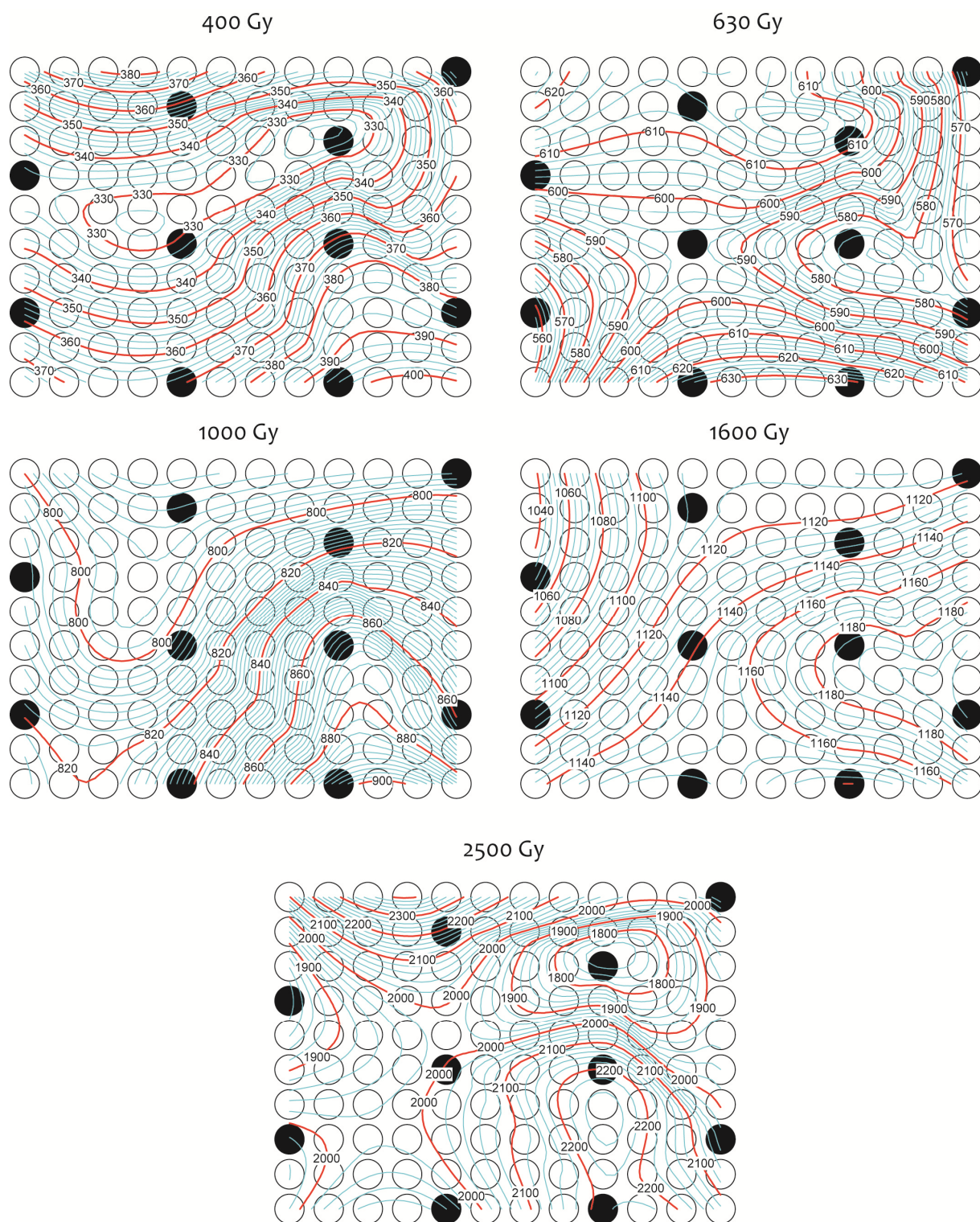


Figure Annexe 1.2. Irradiation Mai 2008. Cartes schématiques de la distribution spatiale des doses réellement absorbées par les échantillons de quartz pour chaque plaque d'irradiation ($D = 400$ Gy à $D = 2500$ Gy). Les piluliers d'alanine sont représentés en noir et les échantillons de quartz en blanc.

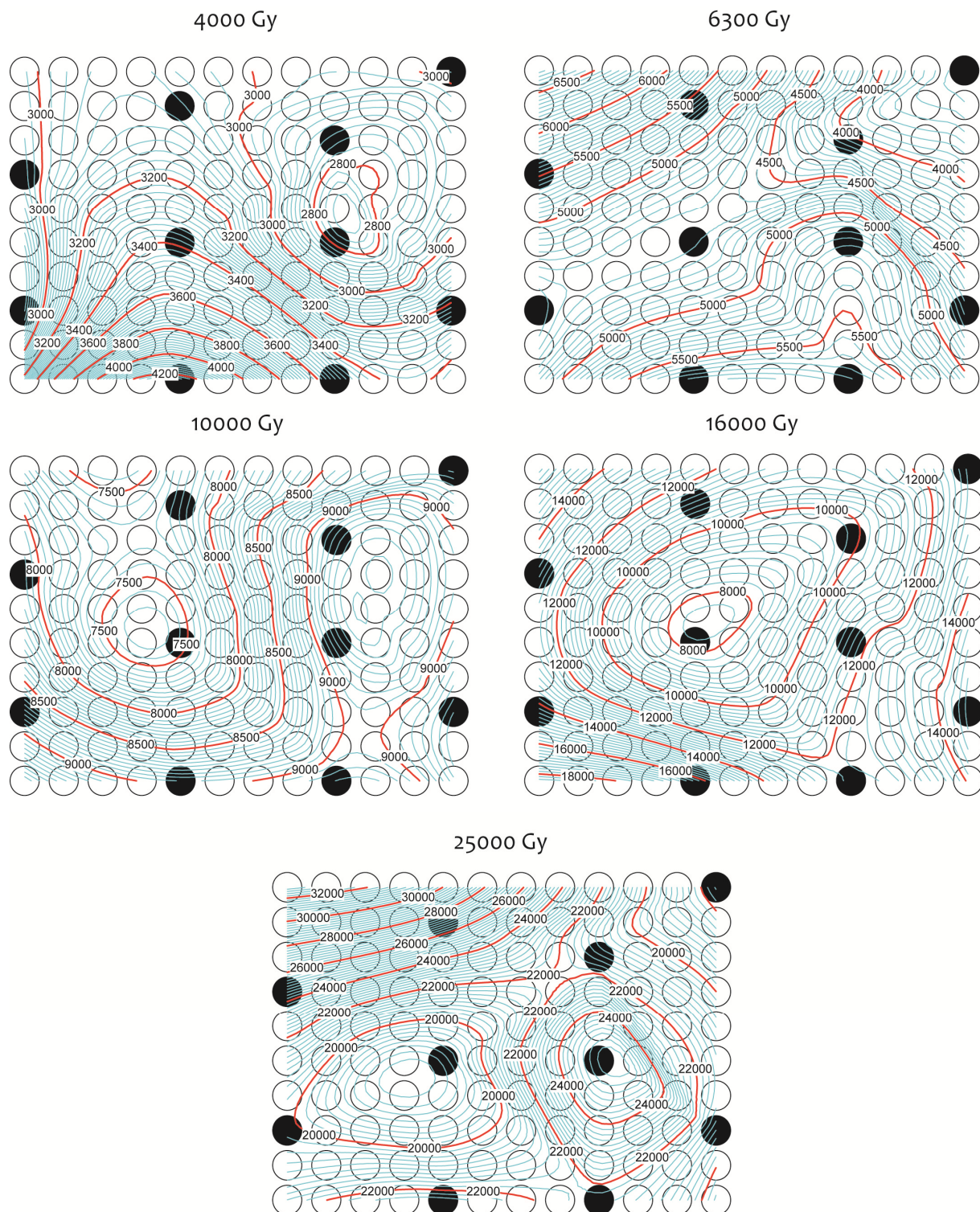


Figure Annexe 1.3. Irradiation Mai 2008. Cartes schématiques de la distribution spatiale des doses réellement absorbées par les échantillons de quartz pour chaque plaque d'irradiation ($D = 4000$ Gy à $D = 25000$ Gy). Les piluliers d'alanine sont représentés en noir et les échantillons de quartz en blanc.

IRRADIATION EN MASSE : Octobre 2008

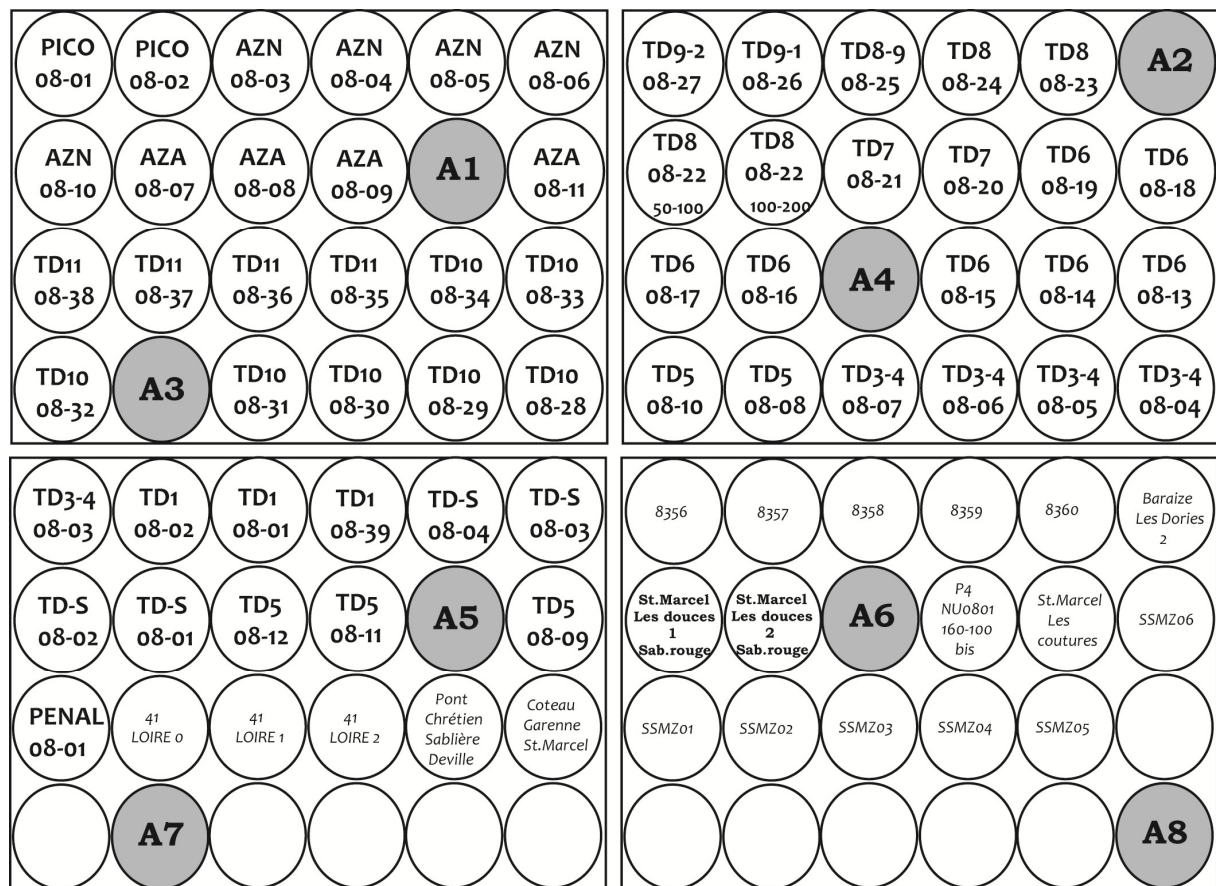


Figure Annexe 1.4. Représentation schématique de l'une de dix plaques de l'irradiation en masse d'octobre 2008. La disposition des piluliers (en gris : A1 à A11) parmi les piluliers de quartz (en blanc) est la même pour chaque dose d'irradiation. En gras, les échantillons présentés dans ce travail.

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

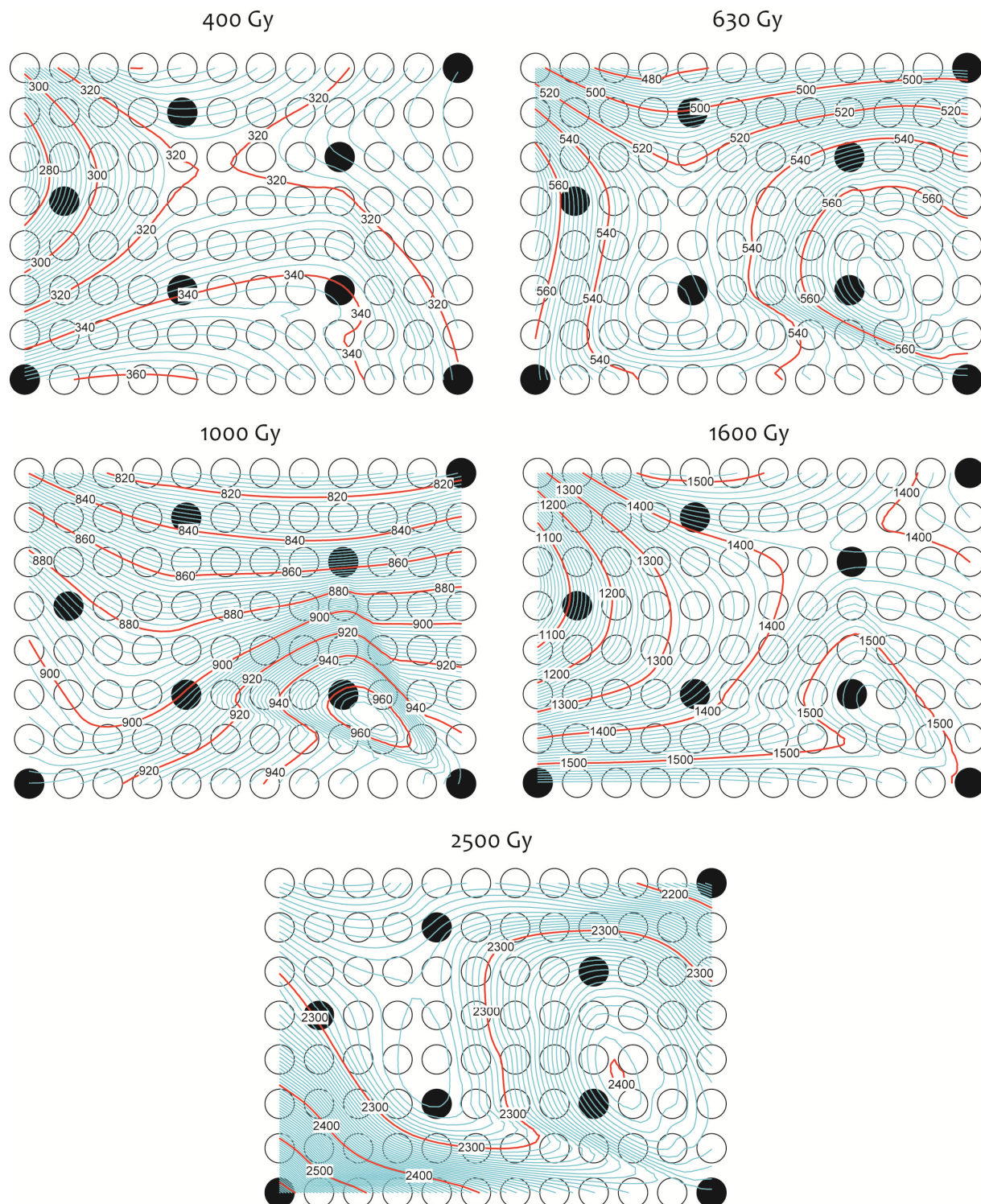


Figure Annexe 1.5. Irradiation Octobre 2008. Cartes schématiques de la distribution des doses réellement absorbées par les échantillons de quartz pour chaque plaque d'irradiation (D= 400 Gy à D = 2500 Gy). Les piluliers d'alanine sont représentés en noir et les échantillons de quartz en blanc.

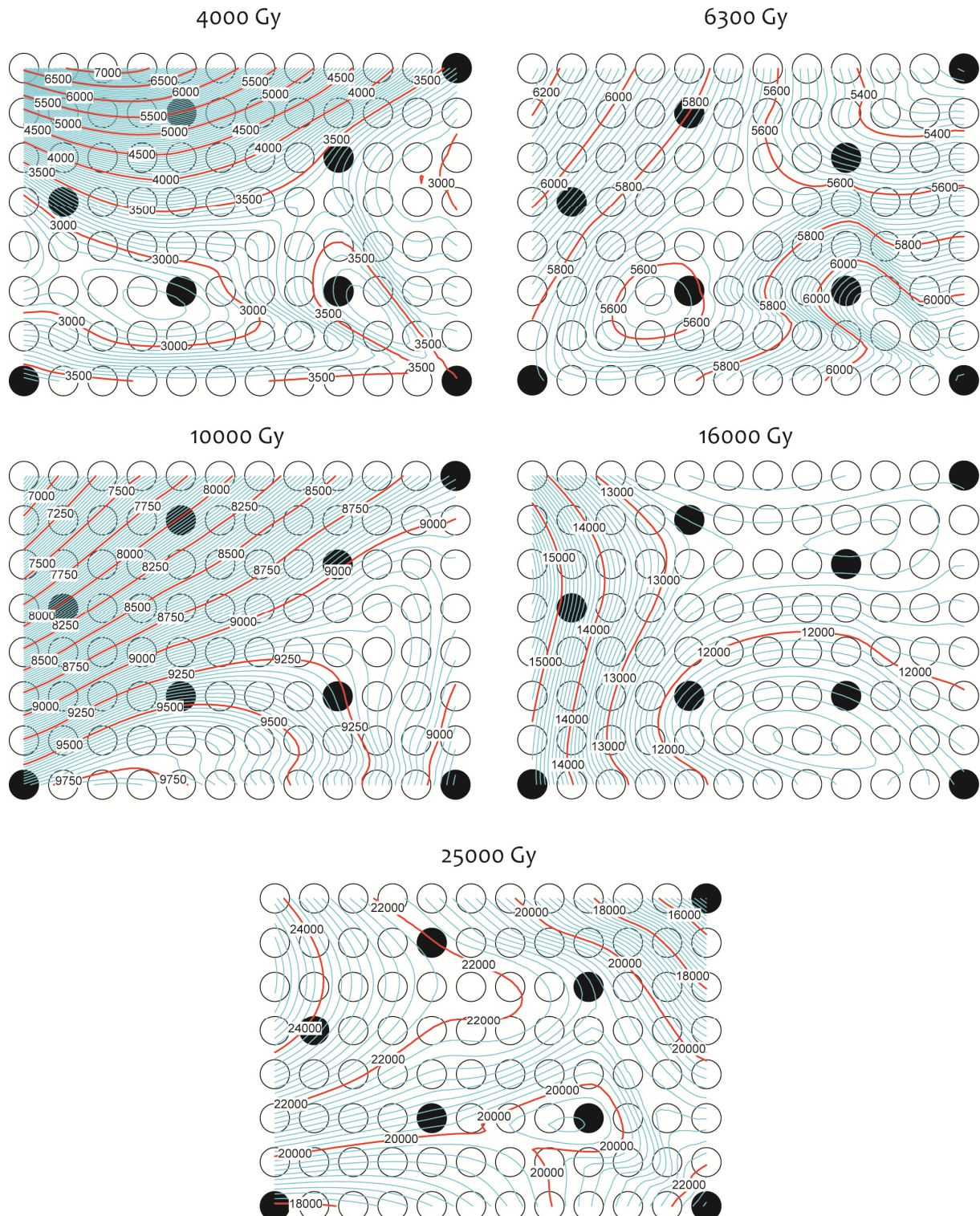


Figure Annexe 1.6. Irradiation Octobre 2008. Cartes schématiques de la distribution des doses réellement absorbées par les échantillons de quartz pour chaque plaque d'irradiation (D= 4000 Gy à D = 25000 Gy). Les piluliers d'alanine sont représentés en noir et les échantillons de quartz en blanc.

ANNEXE 2:

Courbes de croissances

Cette annexe rassemble toutes les courbes de croissances de tous les échantillons analysés dans le cadre de ce travail ainsi que les valeurs d'ajustement de la courbe aux points expérimentaux (X^2) et les doses équivalentes obtenues.

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Courbes de croissances de GRAN DOLINA

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Niveau TD1

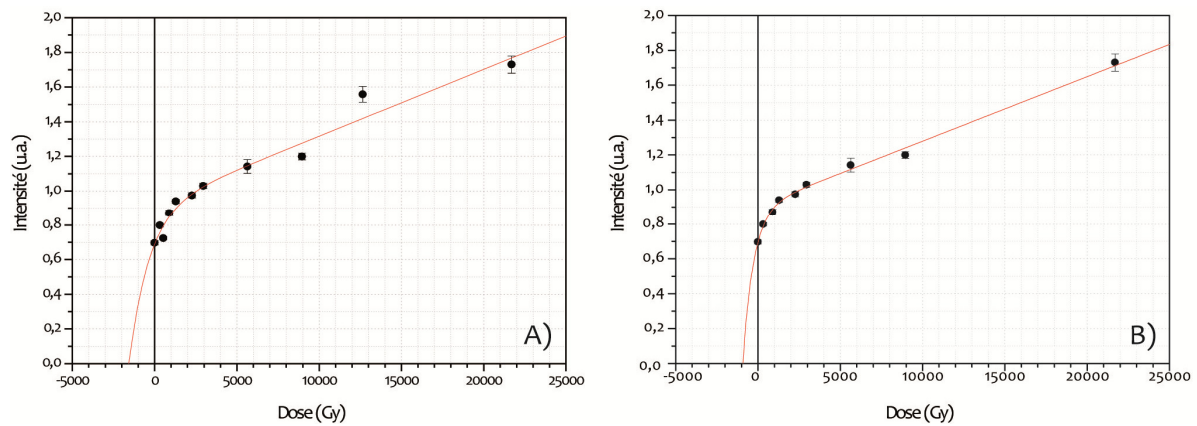


Figure Annexe 2.1. (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-01-bis en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.94$ et la $D_E = 1560 \pm 986$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant les points correspondant aux doses 528 Gy et 12650 Gy. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 943 \pm 251$ Gy.

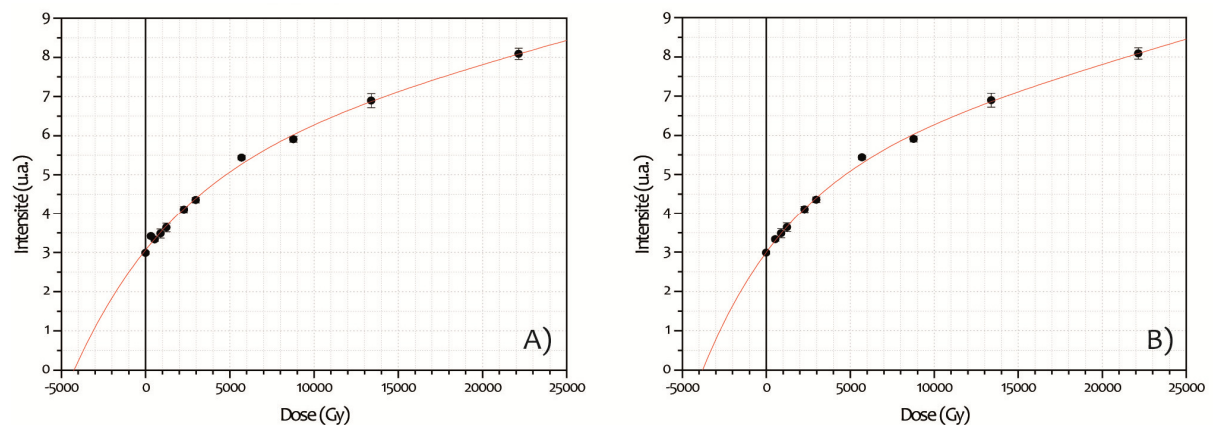


Figure Annexe 2.2. (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-01 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 4248 \pm 910$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant le point correspondant à la dose 313. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 3791 \pm 459$ Gy.

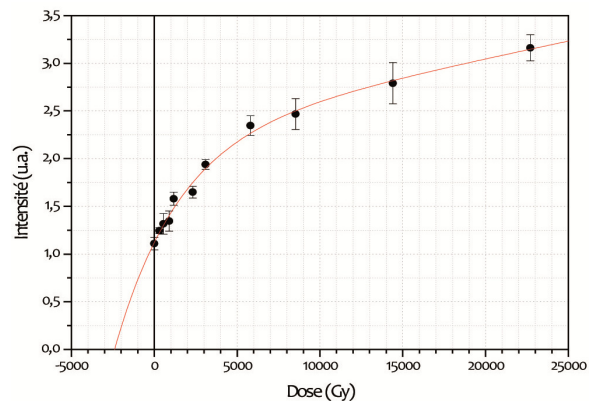


Figure Annexe 2.3. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-02 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.98$ et la $D_E = 2401 \pm 515$ Gy.

Niveau TD3-4

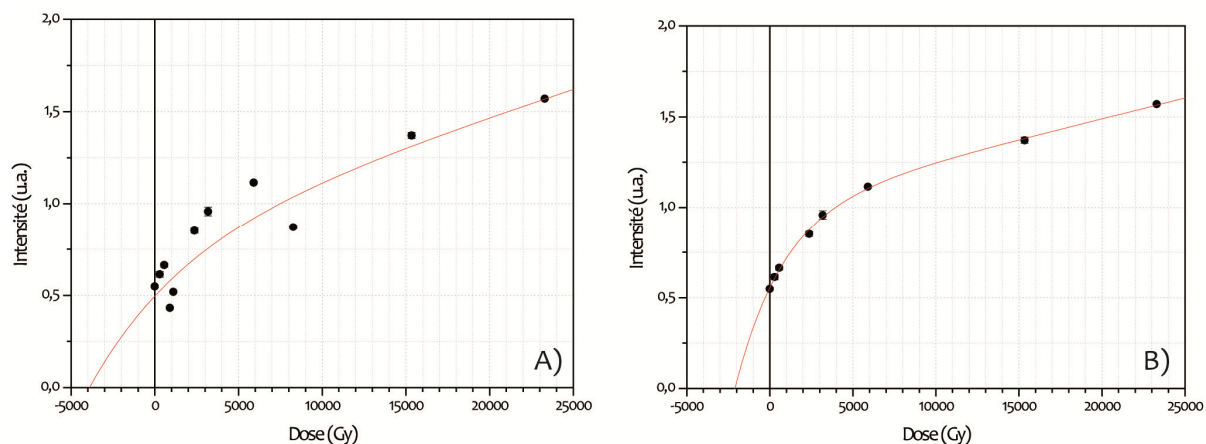


Figure Annexe 2.4. (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-03 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.64$ et la $D_E = 3909 \pm 7549$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant les points correspondants aux doses 901 Gy, 1110 Gy et 8275 Gy. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 2100 \pm 300$ Gy.

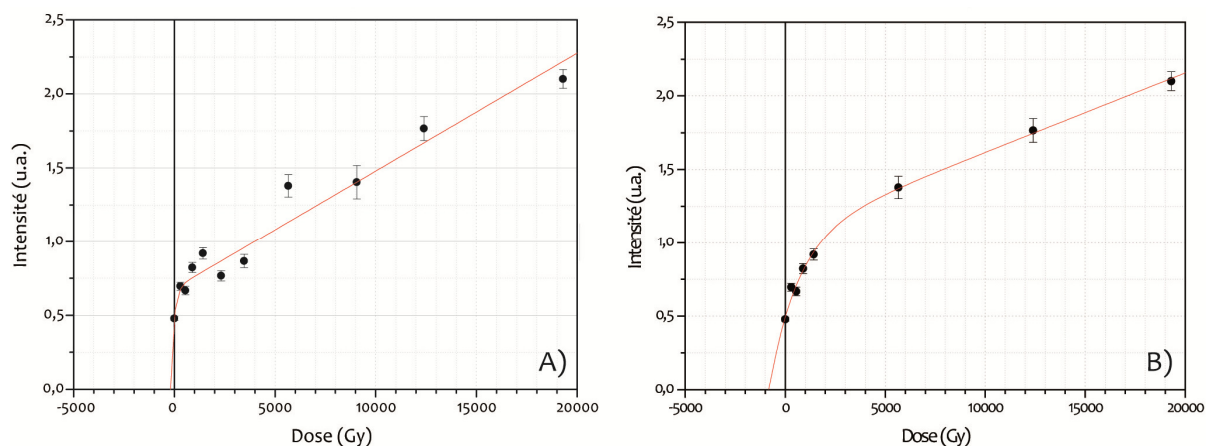


Figure Annexe 2.5. (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-04 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.90$ et la $D_E = 194 \pm 323$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant les points correspondants aux doses 2330 Gy, 3465 Gy et 9060 Gy. Le $X^2 = 0.97$ et la $D_E = 815 \pm 225$ Gy.

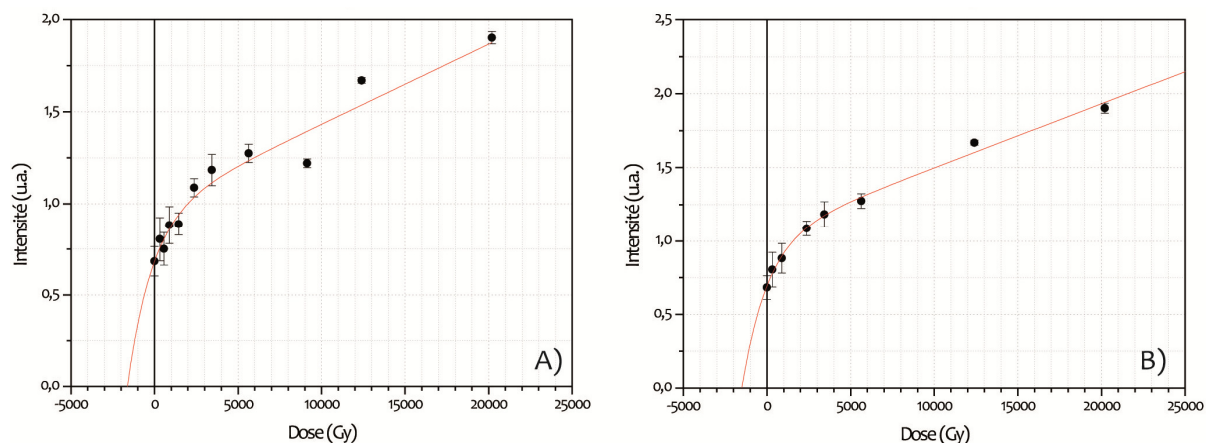


Figure Annexe 2.6. (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-05 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.92$ et la $D_E = 1629 \pm 1080$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant les points correspondants aux doses 562 Gy, 1440 Gy et 9130 Gy. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 1504 \pm 430$ Gy.

Niveau TD3-4

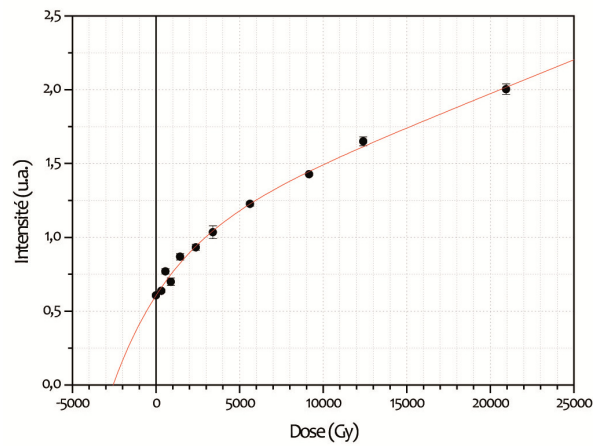


Figure Annexe 2.7. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-06 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.97$ et la $D_E = 2569 \pm 844$ Gy

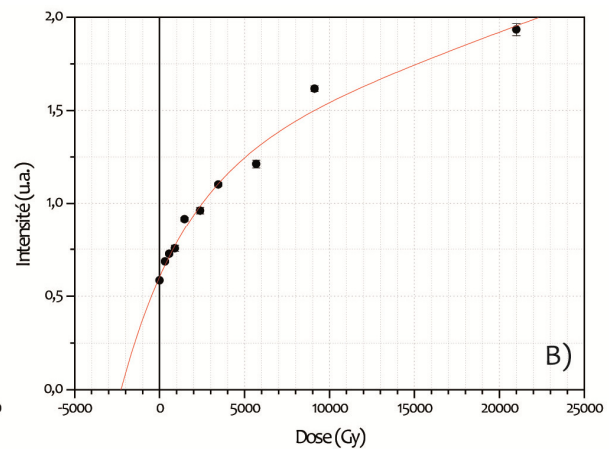
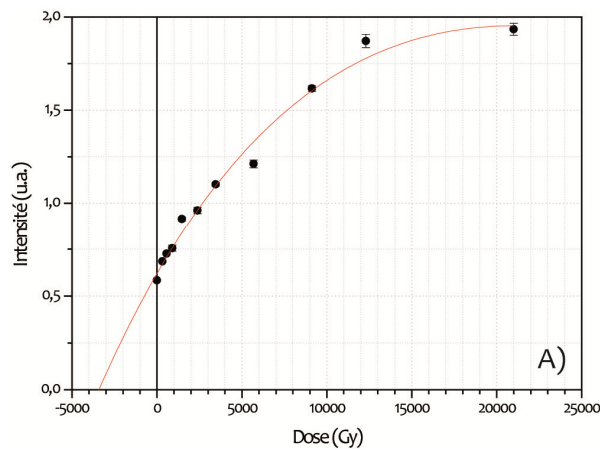


Figure Annexe 2.8. (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-07 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.97$ et la $D_E = 2556 \pm 1982$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant le point correspondant à la dose 12300. Le $X^2 = 0.97$ et la $D_E = 2278 \pm 753$ Gy.

Niveau TD5

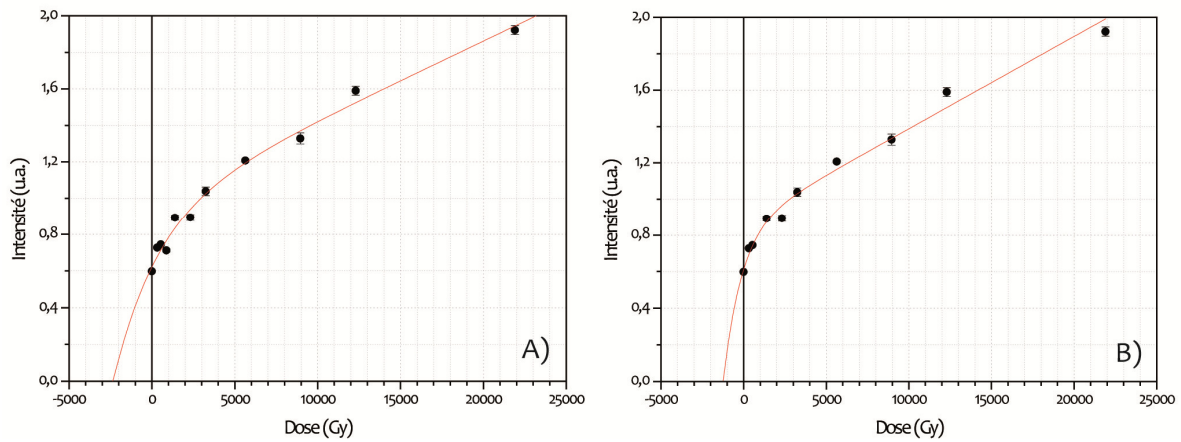


Figure Annexe 2.9. (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-08 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.96$ et la $D_E = 2341 \pm 950$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant le point correspondant à la dose 878. Le $X^2 = 0.97$ et la $D_E = 1243 \pm 560$ Gy.

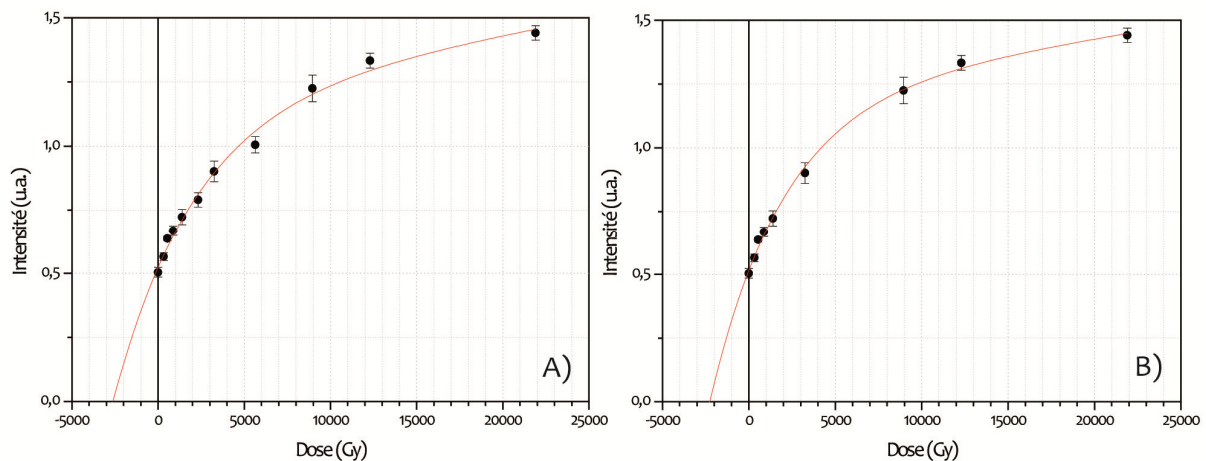


Figure Annexe 2.10. (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-10 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.98$ et la $D_E = 2612 \pm 196$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant les points correspondant aux doses 2325 Gy et 5635 Gy. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 2265 \pm 330$ Gy.

Niveau TD6

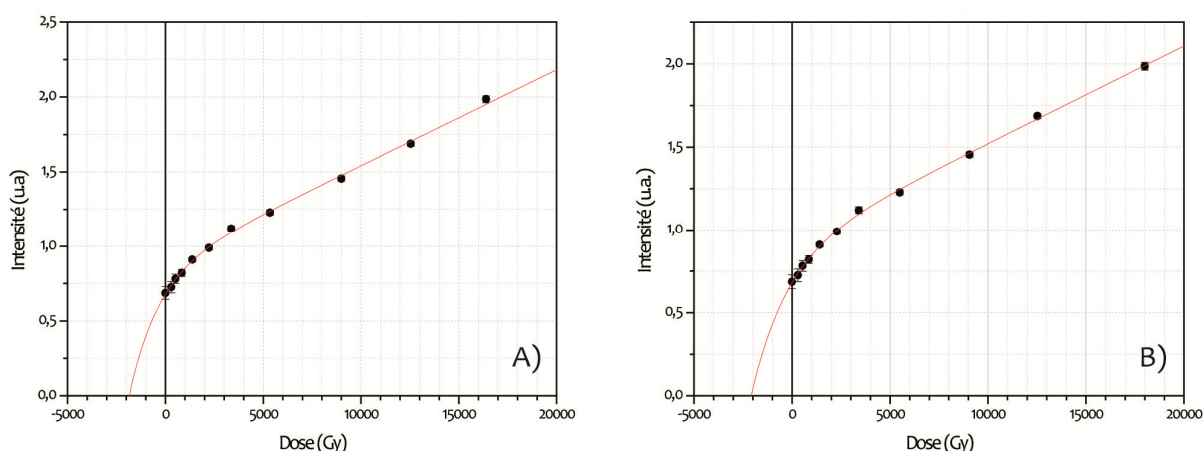


Figure Annexe 2.11 (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-18 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 1858 \pm 359$ Gy. (B) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-13 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 2092 \pm 313$ Gy.

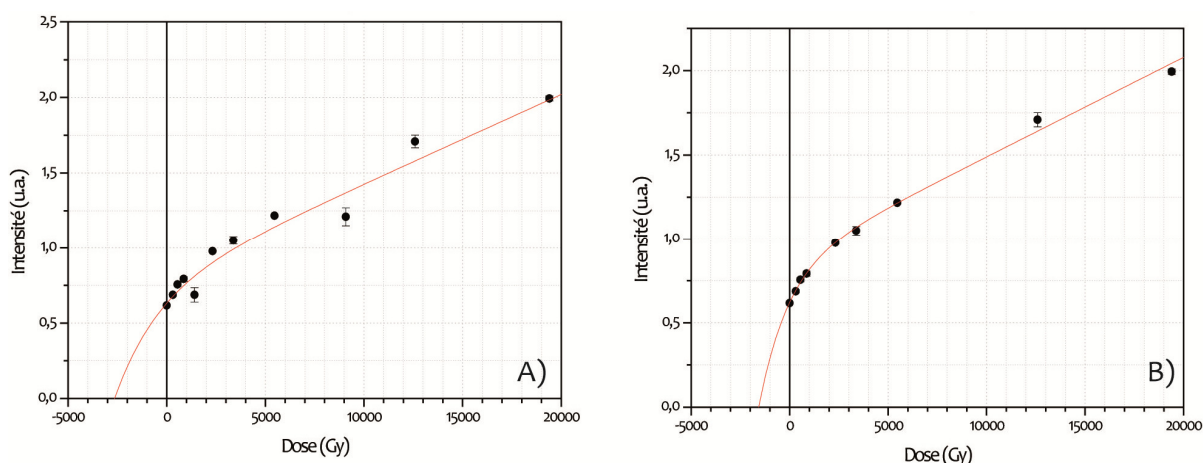


Figure Annexe 2.12. (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-14 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.89$ et la $D_E = 2643 \pm 3270$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant les points correspondant aux doses 1410 Gy et 9085 Gy. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 1569 \pm 380$ Gy.

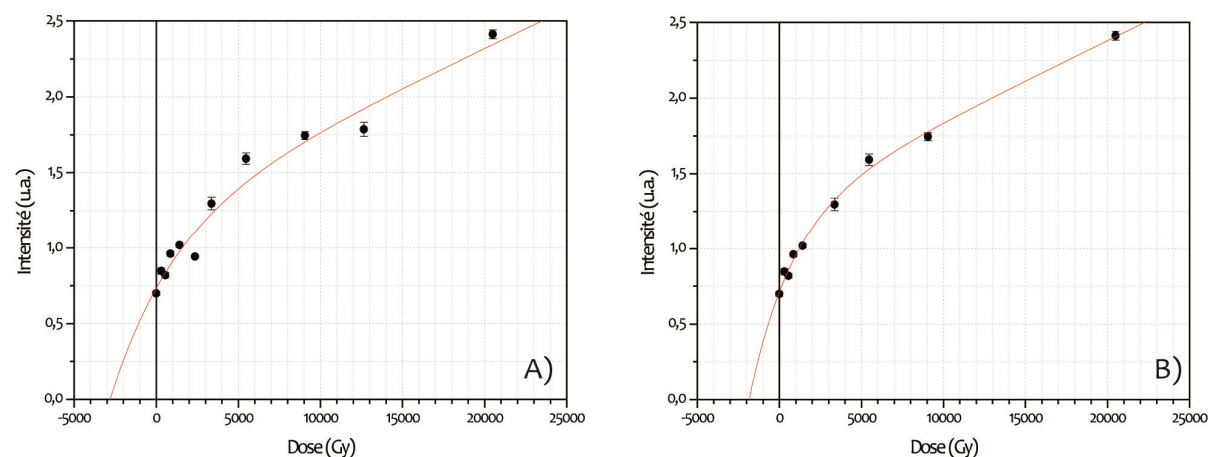


Figure Annexe 2.13. (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-15 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.92$ et la $D_E = 2817 \pm 1794$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant les points correspondants aux doses 2355 Gy et 12650 Gy. Le $X^2 = 0.98$ et la $D_E = 1854 \pm 511$ Gy.

Niveau TD6

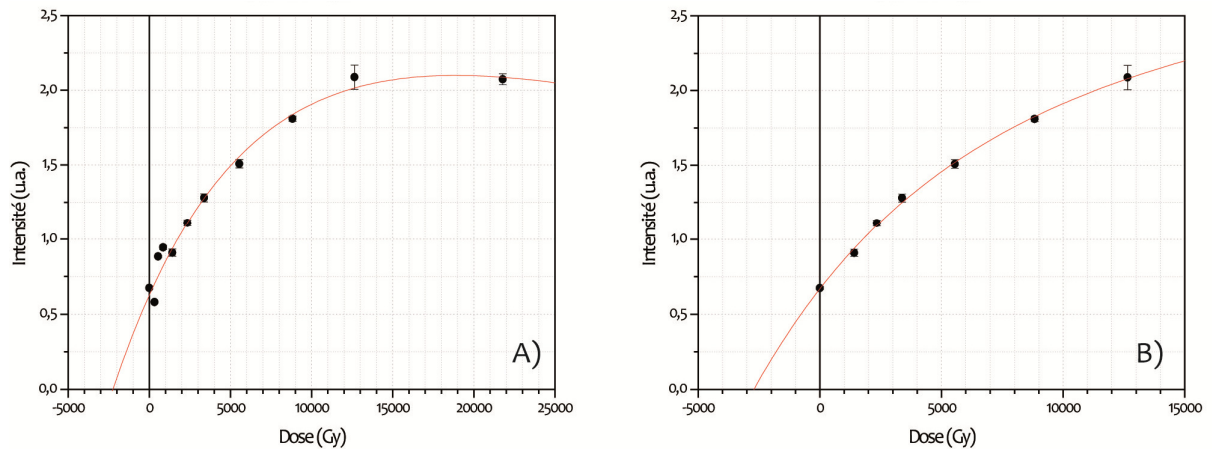


Figure Annexe 2.14. (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-16 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.91$ et la $D_E = 2244 \pm 901$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant les points correspondants aux doses 317 Gy, 540 Gy, 854 Gy et 21780 Gy. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 2719 \pm 525$ Gy.

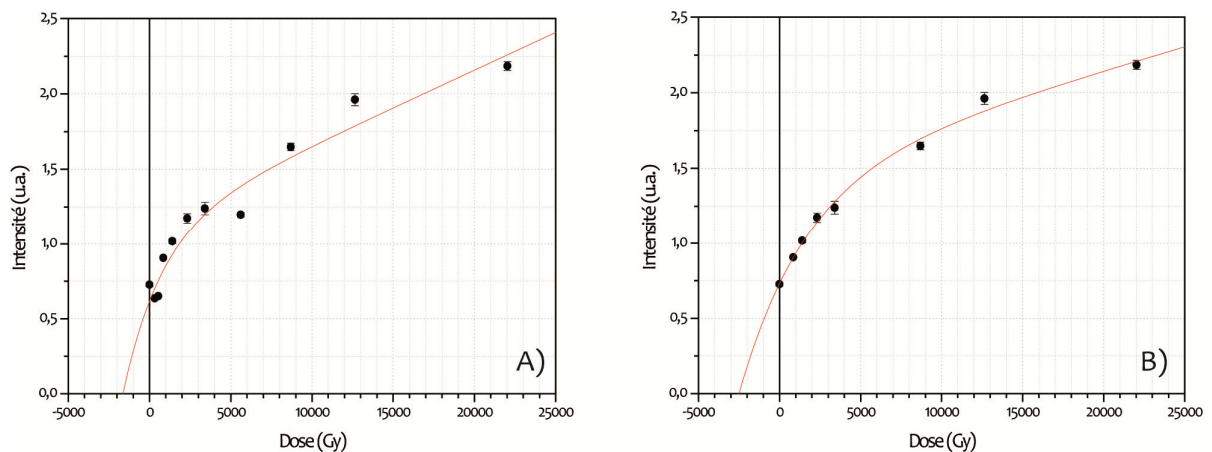


Figure Annexe 2.15. (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-17 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.88$ et la $D_E = 1646 \pm 1243$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant les points correspondants aux doses 319 Gy, 533 Gy et 5605 Gy. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 2500 \pm 469$ Gy.

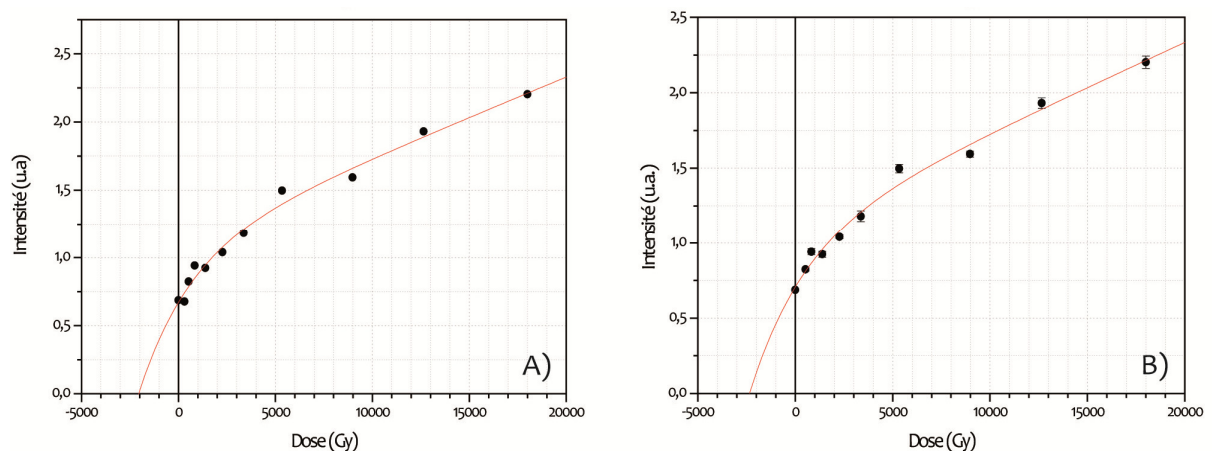


Figure Annexe 2.16 (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-19 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.96$ et la $D_E = 2053 \pm 928$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant le point correspondant avec la dose 307 Gy. Le $X^2 = 0.97$ et la $D_E = 2351 \pm 989$ Gy.

Niveau TD7

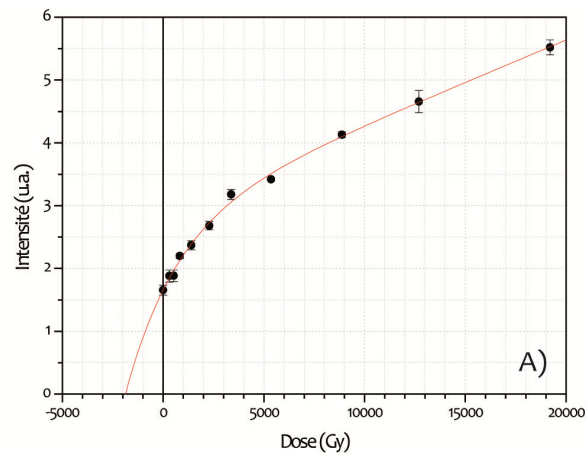


Figure Annexe 2.17. (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-20 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 1875 \pm 334$ Gy.

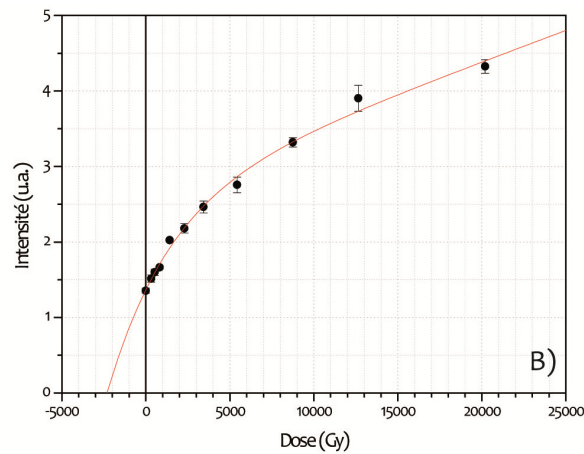


Figure Annexe 2.18. (B) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-21 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 2303 \pm 421$ Gy.

Niveau TD8

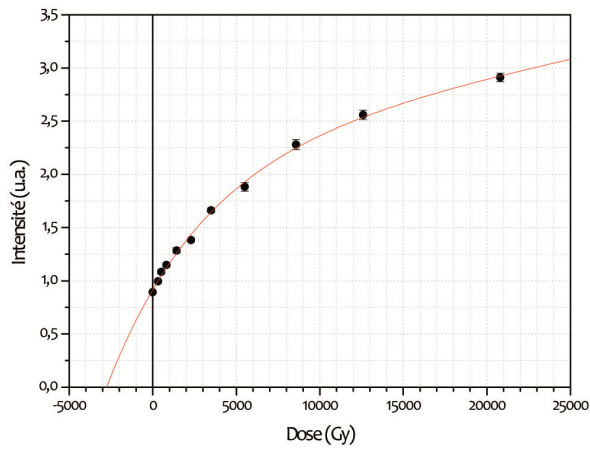


Figure Annexe 2.19. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-22 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 2768 \pm 374$ Gy

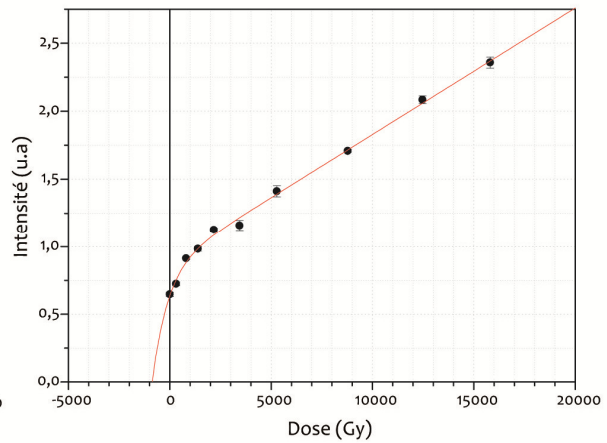
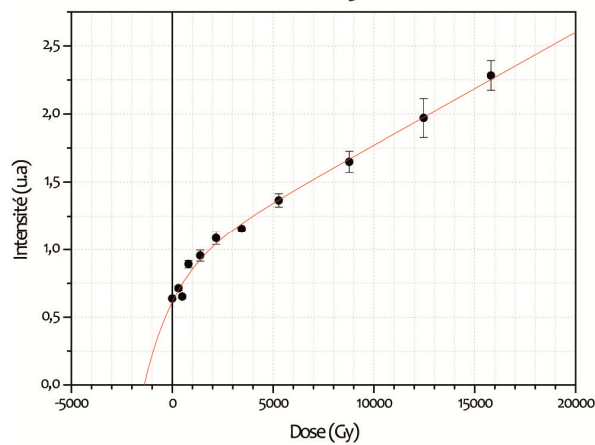


Figure Annexe 2.20. (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-23 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.96$ et la $D_E = 1395 \pm 765$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant le point correspondant à la dose 492 Gy. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 875 \pm 283$ Gy.

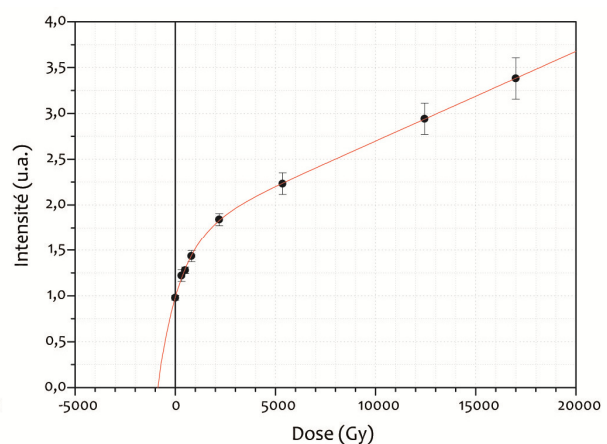
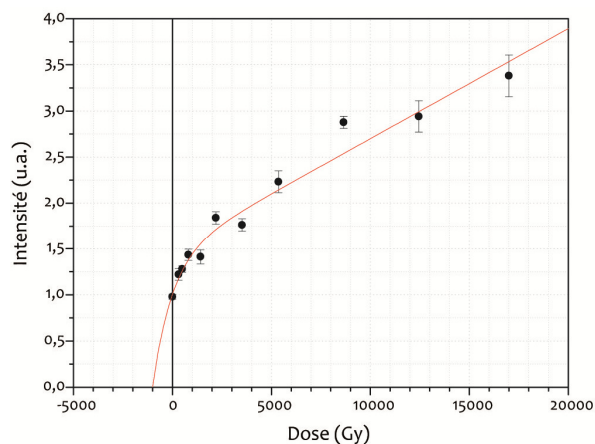


Figure Annexe 2.21. (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-24 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.95$ et la $D_E = 1013 \pm 591$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant les points correspondant aux doses 1419 Gy, 3520 Gy et 8650 Gy. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 890 \pm 71$ Gy.

Niveau TD8-9 et TD9

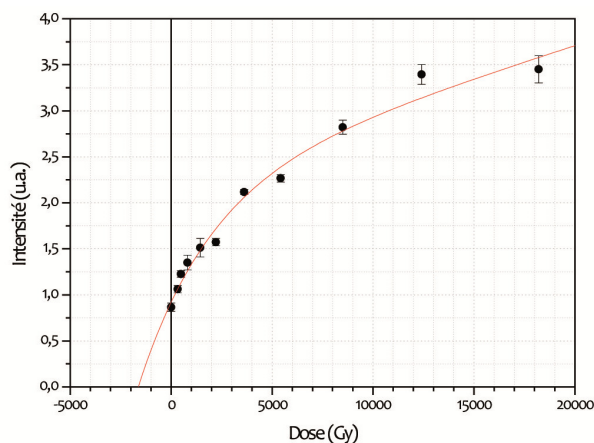


Figure Annexe 2.22. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-25 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.97$ et la $D_E = 1632 \pm 479$ Gy

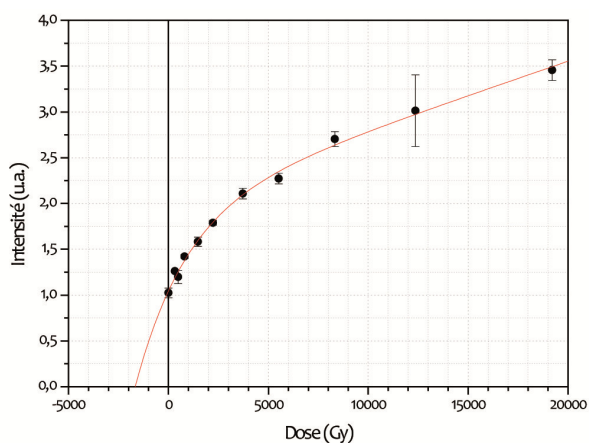


Figure Annexe 2.23. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-26 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 1665 \pm 314$ Gy

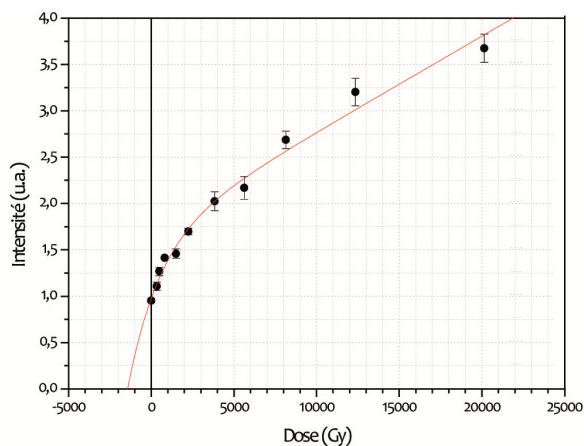


Figure Annexe 2.24. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-27 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.98$ et la $D_E = 1443 \pm 459$ Gy

Niveau TD10

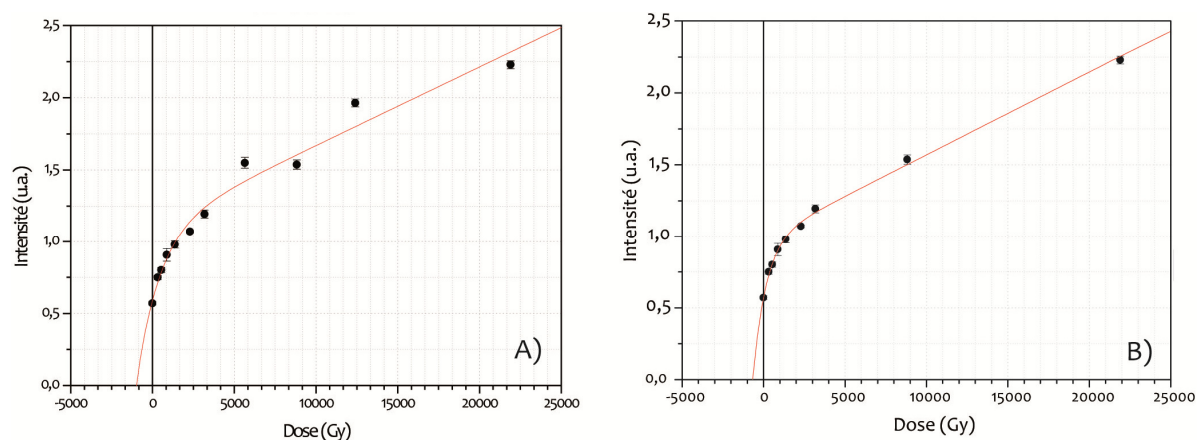


Figure Annexe 2.25. (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-28 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.97$ et la $D_E = 1005 \pm 303$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant les points correspondants aux doses 5650 Gy et 12400 Gy. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 670 \pm 90$ Gy.

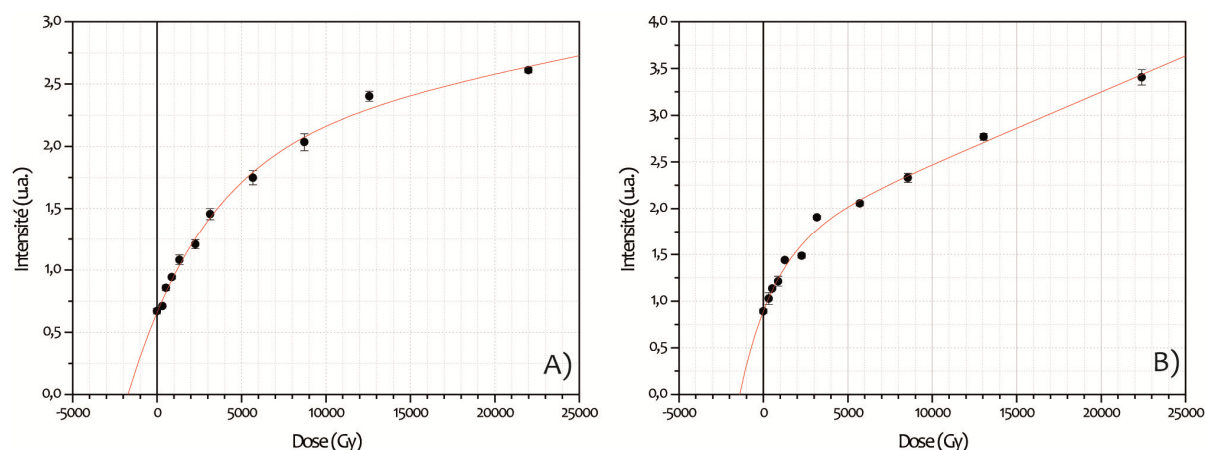


Figure Annexe 2.26. (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-29 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.98$ et la $D_E = 1716 \pm 268$ Gy. (B) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-30 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.98$ et la $D_E = 1409 \pm 335$ Gy.

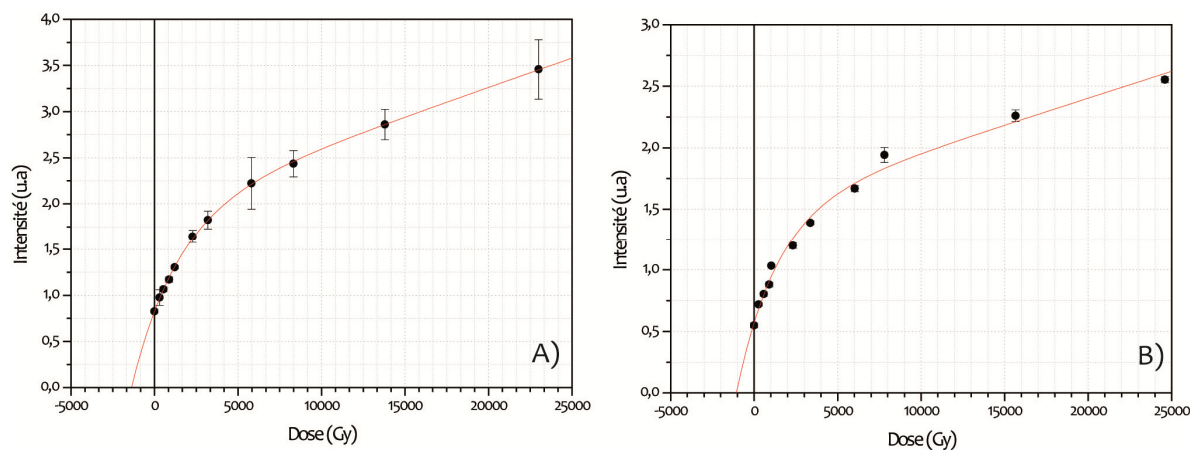


Figure Annexe 2.27. (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-31 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 1380 \pm 63$ Gy. (B) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-32 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.98$ et la $D_E = 1066 \pm 197$ Gy.

Niveau TD10

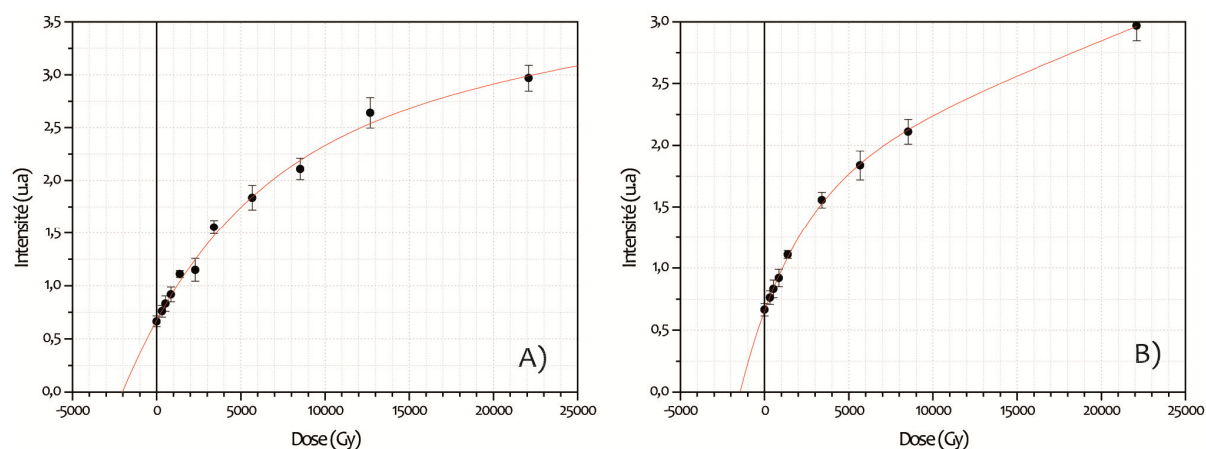


Figure Annexe 2.28. (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-33 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.98$ et la $D_E = 2039 \pm 370$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant les points correspondants aux doses 2293 Gy et 12680 Gy. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 1460 \pm 116$ Gy.

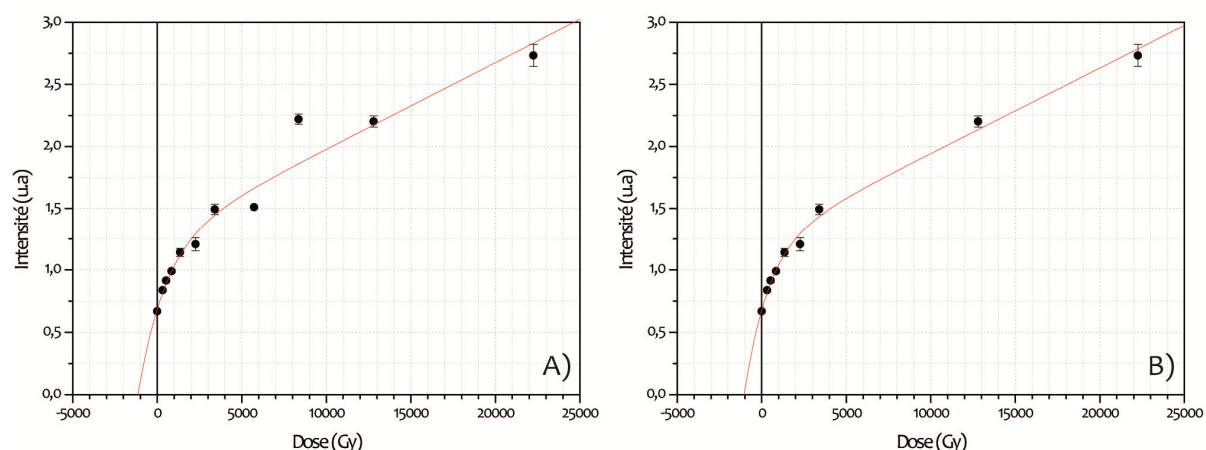


Figure Annexe 2.29. (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-34 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.95$ et la $D_E = 1145 \pm 469$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant les points correspondants aux doses 5725 Gy et 8355 Gy. Le $X^2 = 0.98$ et la $D_E = 1037 \pm 271$ Gy.

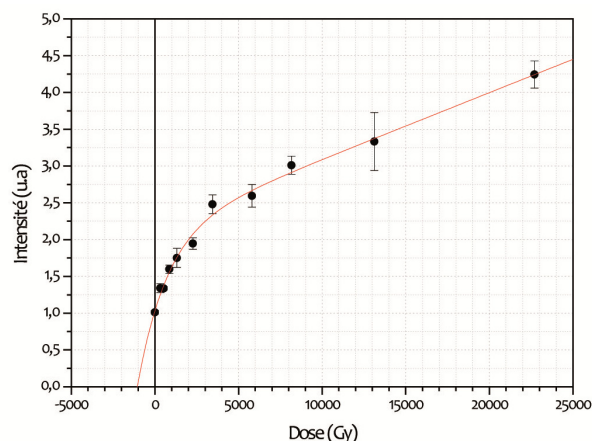


Figure Annexe 2.30. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-35 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.98$ et la $D_E = 1058 \pm 214$ Gy.

Niveau TD11 et Terra Rossa

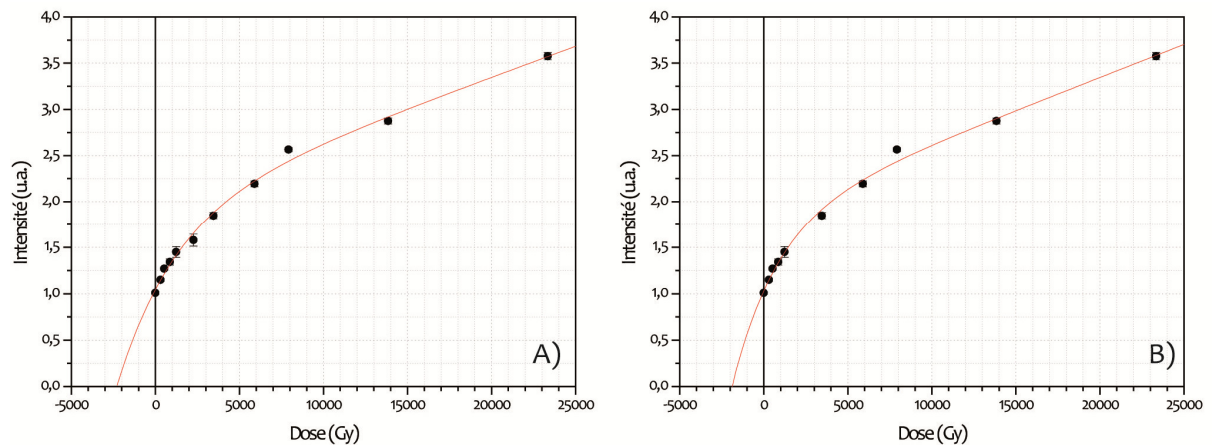


Figure Annexe 2.31. (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-36 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.98$ et la $D_E = 2302 \pm 476$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant le point correspondant à la dose 2266 Gy. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 1896 \pm 363$ Gy.

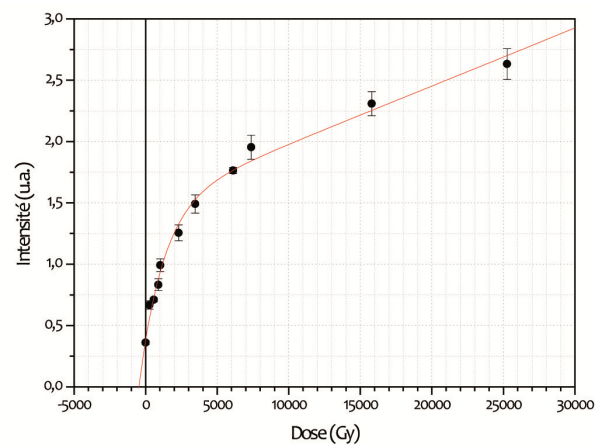


Figure Annexe 2.32. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-38 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.98$ et la $D_E = 465 \pm 87$ Gy.

Courbes de croissances de la VALLÉE DE L'ARLANZÓN

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Nappe T11_{AZN} (+12-13 m)

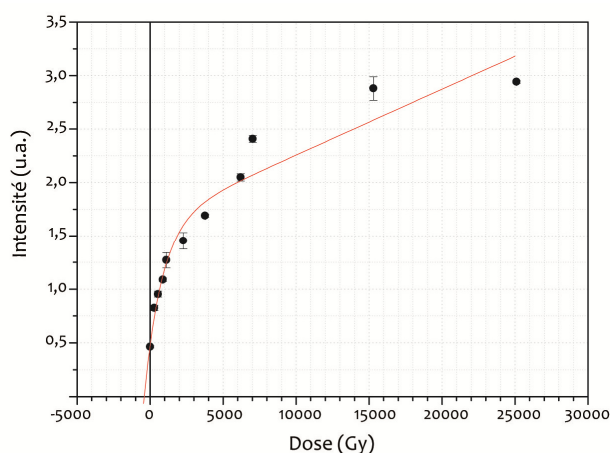


Figure Annexe 2.33. Courbe de régression de l'échantillon AZN 08-10 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.97$ et la $D_E = 410 \pm 103$ Gy.

Nappe T8_{AZN} (+26-35 m)

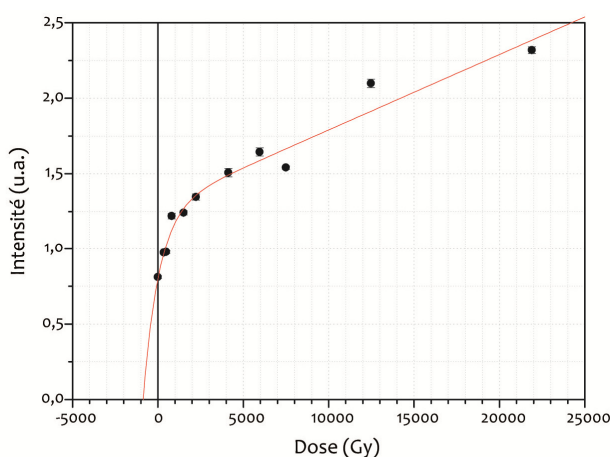


Figure Annexe 2.34. Courbe de régression de l'échantillon AZN 08-04 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.96$ et la $D_E = 878 \pm 323$ Gy.

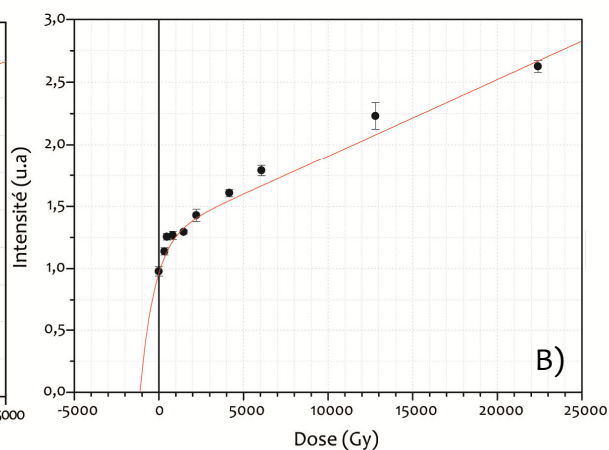
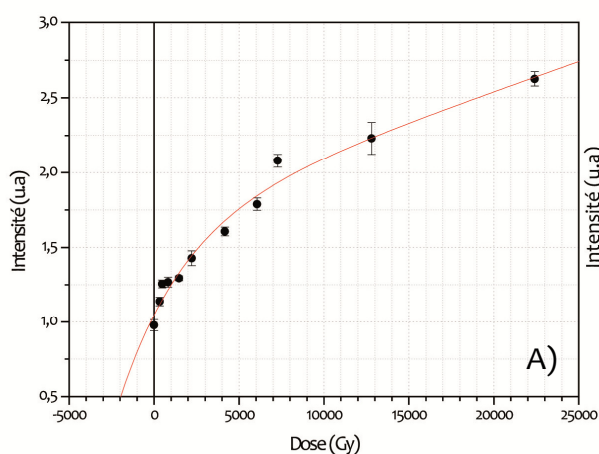


Figure Annexe 2.35. (A) Courbe de régression de l'échantillon AZN 08-03 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.96$ et la $D_E = 3210 \pm 1407$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant le point correspondant à la dose 7280. Le $X^2 = 0.97$ et la $D_E = 1101 \pm 505$ Gy.

Nappe T5_{AZN} (+50-54 m)

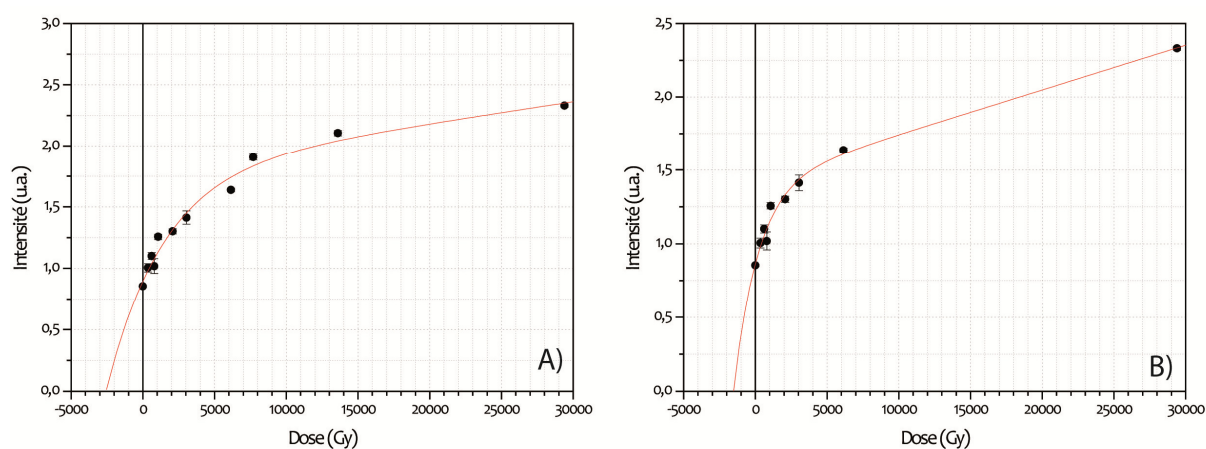


Figure Annexe 2.36. (A) Courbe de régression de l'échantillon AZN 05-01 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.95$ et la $D_E = 2657 \pm 806$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant les points correspondants aux doses 7700 Gy et 13600 Gy. Le $X^2 = 0.95$ et la $D_E = 1523 \pm 552$ Gy.

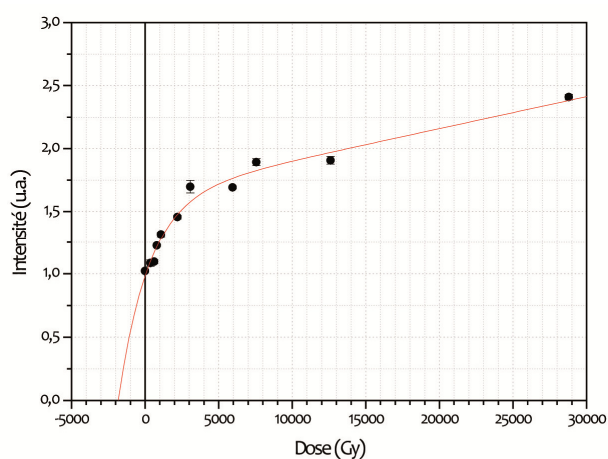


Figure Annexe 2.37. (A) Courbe de régression de l'échantillon AZN 05-02 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.96$ et la $D_E = 1822 \pm 530$ Gy.

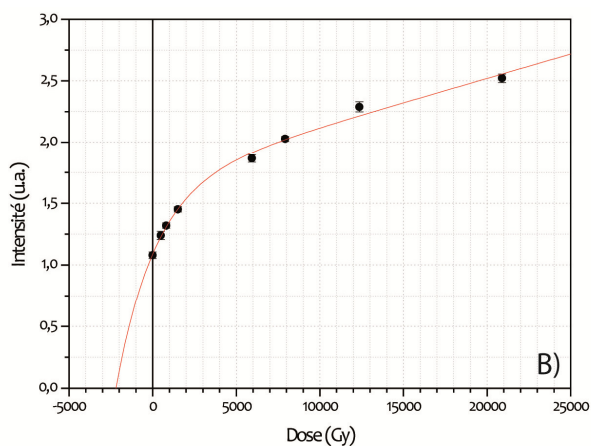
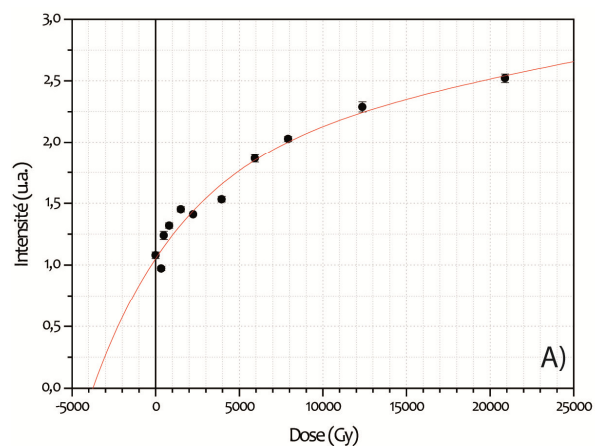


Figure Annexe 2.38. (A) Courbe de régression de l'échantillon AZN 08-06 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.91$ et la $D_E = 3757 \pm 2359$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant les points correspondants aux doses 335 Gy, 2240 Gy et 3940 Gy. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 2200 \pm 419$ Gy.

Nappe T_{4AZN} (+60-67 m)

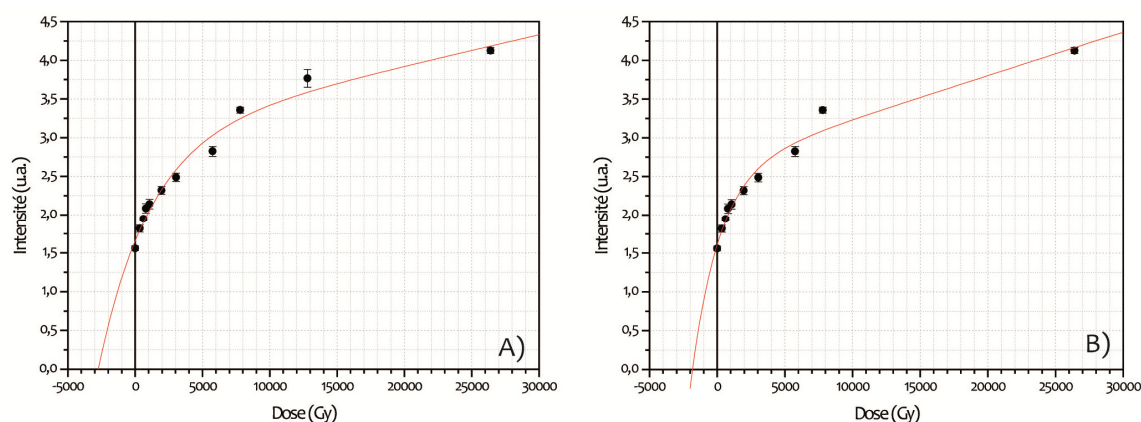


Figure Annexe 2.39. (A) Courbe de régression de l'échantillon AZN 05-04 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.96$ et la $D_E = 2877 \pm 871$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant le point correspondant à la dose 12800. Le $X^2 = 0.96$ et la $D_E = 1823 \pm 554$ Gy.

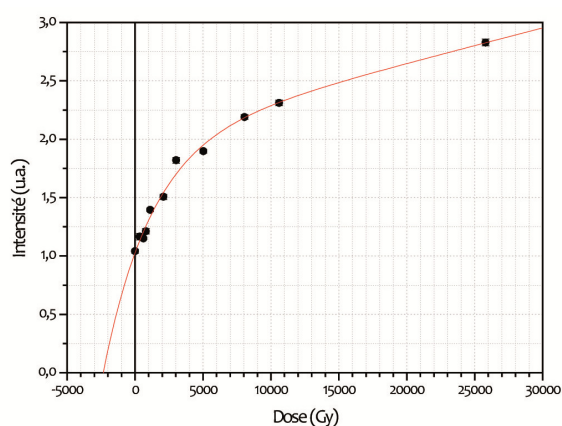


Figure Annexe 2.40. Courbe de régression de l'échantillon AZN 05-03 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.98$ et la $D_E = 2350 \pm 511$ Gy

Nappe T_{3AZN} (+70-78 m)

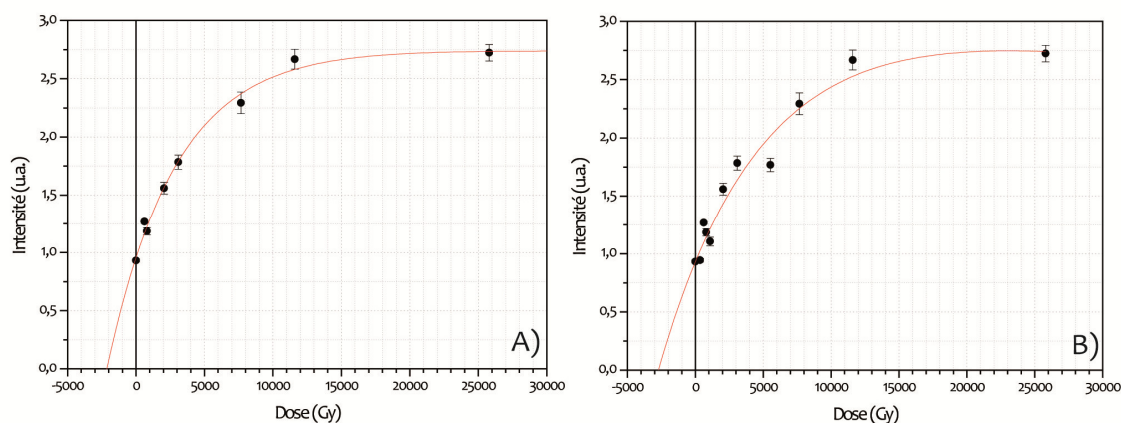


Figure Annexe 2.41. (A) Courbe de régression de l'échantillon AZN 05-05 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.91$ et la $D_E = 2720 \pm 1210$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant les points correspondants aux doses 346 Gy, 1087 Gy et 5525 Gy. Le $X^2 = 0.98$ et la $D_E = 2121 \pm 452$ Gy.

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Courbes de croissances de la VALLÉE DE L'ARLANZA

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Nappe T13_{AZA} (+12-17 m) et Nappe T10_{AZA} (+33-36 m)

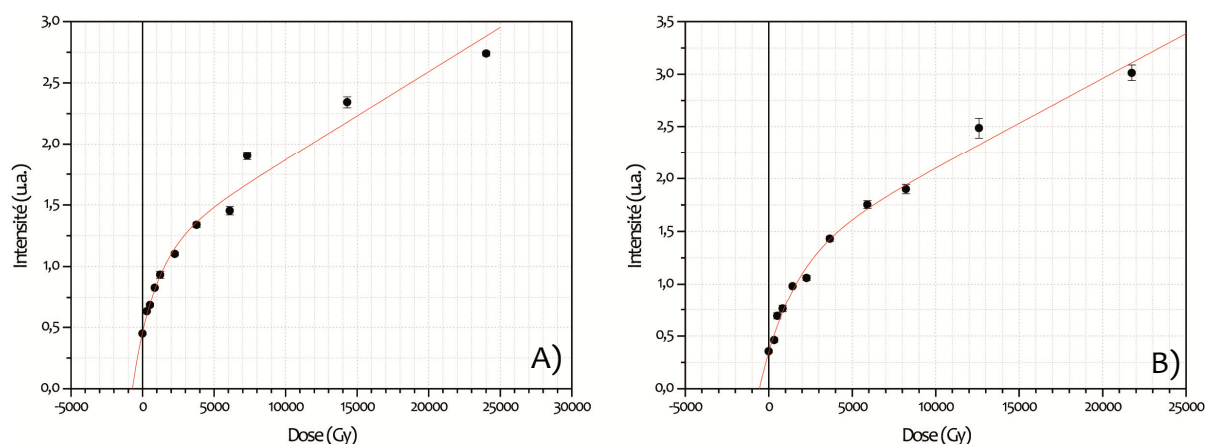


Figure Annexe 2.42. (A) **Nappe T13_{AZA} (+12-17 m)** Courbe de régression de l'échantillon AZA 08-07 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.98$ et la $D_E = 722 \pm 174$ Gy. (B) **Nappe T10_{AZA} (+33-36 m)**. Courbe de régression de l'échantillon AZA 08-08 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.98$ et la $D_E = 566 \pm 134$ Gy

Nappe T6_{AZA} (+64-67 m) et Nappe T5_{AZA} (+73-79 m)

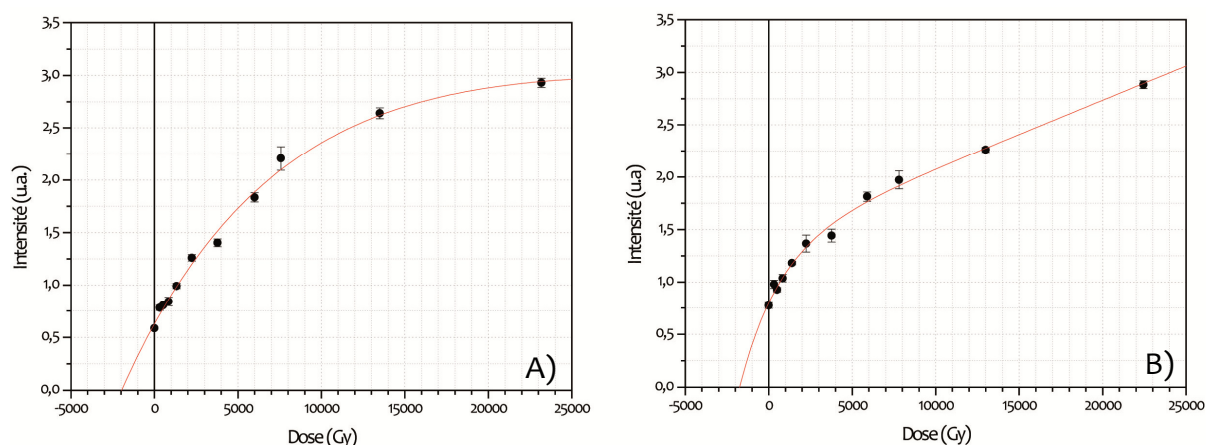


Figure Annexe 2.43. (A) **Nappe T6_{AZA} (+64-67 m)** Courbe de régression de l'échantillon AZA 08-11 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.98$ et la $D_E = 1967 \pm 381$ Gy. (B) **Nappe T5_{AZA} (+73-79 m)**. Courbe de régression de l'échantillon AZA 08-09 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.98$ et la $D_E = 1745 \pm 471$ Gy

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Courbes de croissances de la VALLÉE DU PICO

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Nappe T_{PICO} (+8-20 m)

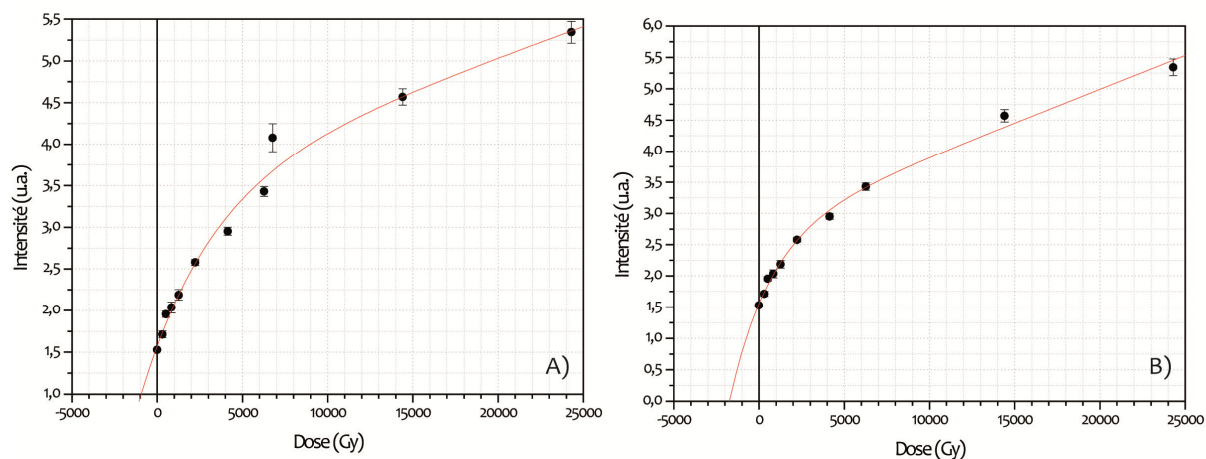


Figure Annexe 2.44. (A) Courbe de régression de l'échantillon PICO 08-01 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.97$ et la $D_E = 2230 \pm 592$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant le point correspondant à la dose 6770 Gy. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 1740 \pm 343$ Gy

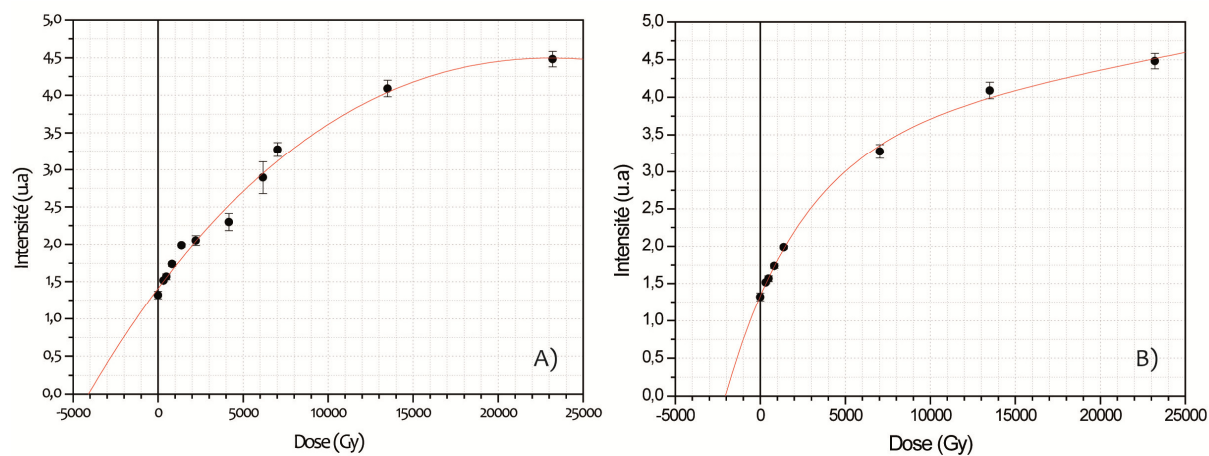


Figure Annexe 2.45. (A) Courbe de régression de l'échantillon PICO 08-02 en utilisant tous les points expérimentaux. Le $X^2 = 0.97$ et la $D_E = 4095 \pm 1190$ Gy. (B) Courbe de régression en éliminant les points correspondants aux doses 2217 Gy, 4170 Gy et 6160 Gy. Le $X^2 = 0.99$ et la $D_E = 2050 \pm 221$ Gy

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

LISTE DES FIGURES

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Liste des figures

INTRODUCTION

Figure 1. La Trinchera del Ferrocarril dans la Sierra de Atapuerca. Localisation des principaux sites archéologiques de ce secteur.....	4
--	----------

PARTIE I : LA SIERRA DE ATAPUERCA ET SON ENVIRONNEMENT

Figure. 1.1. Situation géographique et géologique de la Sierra d’Atapuerca et des vallées de l’Arlanzón, l’Aranza et le Pico	13
Figure. 1.2. Modèle d’évolution synthétique du secteur NE du bassin du Duero	15
Figure. 1.3. Réseau hydrographique de la zone d’étude	17
Figure. 1.4. La Sierra d’Atapuerca divisé en deux secteurs par la vallée de la Hoyada	18
Figure. 1.5. Schéma de formation d’un système karstique multi-niveaux	22
Figure. 1.6. Schéma du karst multiniveaux du secteur de San Vicente (Sierra de Atapuerca).....	24
Figure. 1.7. Colonne stratigraphique synthétique et section de la Sima del Elefante	28
Figure. 1.8. (a) Mandibule humain découverte au niveau TE9 et attribué à <i>Homo</i> sp. (b) Assemblage lithique trouvé dans l’unité TE9 : 1) et 2) Éclats en silex crétacé ; 3) Éclats en silex néogène	30
Figure. 1.9. Colonne stratigraphique synthétique et section de Galería	31

Figure. 1.10. Mandibule de lion et bifaces trouvés dans le site Trinchera Galería	32
Figure. 1.11. Colonne stratigraphique synthétique et section de Gran Dolina	34
Figure. 1.12. Industrie lithique du Mode 1 recueillie dans la partie basale du site de Gran Dolina. a : nucléus en quartzite provenant du niveau TD5. b : Galet taillé en quartzite provenant du niveau TD3-4.....	37
Figure 1.13. Stratigraphie synthétique du niveau TD6.....	38
Figure. 1.14. Industrie lithique du Mode 1 recueillie dans le niveau TD6 du site de Gran Dolina ...	39
Figure. 1.15. Assemblage de restes humains de TD6 attribués à <i>Homo antecessor</i>	39
Figure. 1.16. Sol de fouille dans le niveau TD10	43
Figure. 1.17. Colonne stratigraphique synthétique et section de Trinchera Penal	45

PARTIE II : DATATIONS

Figure. 2.1. Effet Zeeman et résonance de spin électronique.....	63
Figure. 2.2. Schéma d'un spectromètre ESR	65
Figure. 2.3. Effet de l'anisotropie sur un spectre de poudre	66
Figure. 2.4. Théorie des bandes énergétiques : principe de formation de centres paramagnétiques sous l'action des rayonnements ionisants	71
Figure. 2.5. Spectre du centre Al	73
Figure. 2.6. Histoire schématique de l'évolution de l'intensité ESR du centre Al	74
Figure. 2.7. (a) Évolution de l'intensité du signal ESR du centre Al du quartz en fonction de doses croissantes de radiations	76
Figure. 2.8. Schéma de l'une des dix plaques de l'irradiation en masse réalisée en octobre 2008.....	80
Figure. 2.9. Spectre de l'alanine d'un échantillon irradié à 25000 Gy	81
Figure. 2.10. Valeurs des doses calculées pour les dosimètres d'alanine de la dose 6 (1600 Gy).....	83
Figure. 2.11. Carte schématique de répartition dosimétrique de l'irradiation octobre 2008 pour la dose demandée de 1600 Gy	83
Figure. 2.12. Paramètres de l'expression $D=D_0[F+J*\exp(h/H)]$ permettant de déterminer la dose cosmique	88
Figure. 2.13. Schéma du protocole analytique de préparation de sédiments pour la datation des quartzs blanchis	89
Figure. 2.14. Vue de dessus du schéma d'un spectromètre ESR montrant l'électro-aimant et la cavité	90

Figure. 2.15. (a) Courbe de croissance montrant les intensités ESR des aliquotes des différentes	
(b) Courbe de croissance après la soustraction de l'intensité ESR de l'aliquote blanchie aux	
intensités ESR du reste des aliquotes	92
Figure. 2.16. Exemple de courbe qui montre une première valeur de saturation (point d'inflexion)	
et continue à croître	93
Figure. 2.17. Courbes de croissances obtenues pour l'échantillon TD6-08-18 à partir d'une fonction	
SSE et SSELIN	93

PARTIE III : RESULTATS

Figure. 3.1. (A) Courbe de régression de l'échantillon TD 08-01-bis en utilisant tous les points	
expérimentaux (B) Courbe de régression en éliminant les points correspondant aux doses 528	
Gy et 12650 Gy	98
Figure. 3.2. Colonne stratigraphique synthétique du site de Gran Dolina montrant la position des	
échantillons prélevés	104
Figure. 3.3. Niveau TD1 : position des échantillons TD 08-01, TD 08-02 et TD 08-01-bis	105
Figure. 3.4. Niveau TD3-4 : position des échantillons TD 08-03, TD 08-04, TD 08-05, TD 08-06 et TD	
08-07	107
Figure. 3.5. (A) Spectre ESR du centre Al de l'échantillon TD 08-10 (B) Spectre ESR du centre Al de	
l'échantillon TD 08-11	110
Figure. 3.6. Niveau TD6: position des échantillons TD 08-13 à TD 08-19	111
Figure. 3.7. Niveau TD8 et TD8-9: position des échantillons TD 08-24 et TD 08-25.....	114
Figure. 3.8. Niveau TD8, TD8-9, TD9 et TD10: position des échantillons TD 08-25 à TD 08-27.....	115
Figure. 3.9. Niveau TD10: position des échantillons TD 08-28, TD 08-29 et TD 08-30 et du	
prélèvement n° 20 de luminescence.....	118
Figure. 3.10. Niveaux TD10 et TD11: position des échantillons TD 08-32 à TD 08-38.....	118
Figure. 3.11. Représentation des résultats obtenus pour le site de Gran Dolina par rapport à la	
profondeur du prélèvement	123
Figure. 3.12. Nappe T4 _{AZN} (+60-67 m): Position des échantillons AZN 05-03 et AZN 05-04	131
Figure. 3.13. Nappe T5 _{AZN} (+50-54 m): Position des échantillons AZN 08-05 et AZN 08-06	133
Figure 3.14. Nappe T5 _{AZN} (+50-54 m): Position des échantillons AZN 05-01 et AZN 05-02	133
Figure. 3.15. Nappe T8 _{AZN} (+26-35 m): Position des échantillons AZN 08-03 et AZN 08-04	135
Figure. 3.16. Nappe T11 _{AZN} (+12-13 m): Position de l'échantillon AZN 08-10	137
Figure. 3.17. Profil synthétique de la vallée de l'Arlanzón montrant les âges obtenus pour chaque	
nappe étudiée	138

Figure. 3.18. Nappe T5 _{AZA} (+73-79 m): Position de l'échantillon AZA 08-09	139
Figure. 3.19. Nappe T6 _{AZA} (+64-67 m): Position de l'échantillon AZA 08-11	141
Figure. 3.20. Nappe T10 _{AZA} (+33-36 m): Position de l'échantillon AZN 08-08	142
Figure. 3.21. Nappe T13 _{AZA} (+12-17 m): Position de l'échantillon AZA 08-07	143
Figure. 3.22. Profil synthétique de la vallée de l'Arlanza montrant les âges obtenus pour chaque nappe étudiée	144
Figure. 3.23. Nappe T _{PICO} (+8-20 m): Position des échantillons PICO 08-01 et PICO 08-02	145
Figure. 3.24. Profil synthétique de la vallée du Pico montrant les âges obtenus pour la nappe T1 (+8-20 m)	147

PARTIE IV : DISCUSSION, CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Figure. 4.1. Représentation des résultats obtenus pour le site de Gran Dolina	154
Figure. 4.2. Représentation des résultats obtenus à partir des échantillons prélevés à la base de la partie sud de Gran Dolina	157
Figure. 4.3. Récapitulatif des âges obtenus dans le site de Gran Dolina par ESR sur quartz.....	158
Figure. 4.4. Modèle de corrélation des séquences fluviales de l'Arlanza et l'Arlanzón proposé par Benito-Calvo.....	160
Figure. 4.5. Représentation des résultats obtenus pour les vallées de l'Arlanza et de l'Arlanzón.....	161
Figure. 4.6. Modèle de corrélation entre la vallée de l'Arlanza et de l'Arlanzón proposé dans ce travail	164
Figure. 4.7. Proposition de corrélation entre le site de Gran Dolina et les nappes de la vallée de l'Arlanzón	166
Figure. 4.8. Modèle de corrélation proposé entre les sites préhistoriques de Trinchera del Ferrocarril (Gran Dolina, Galería et Sima del Elefante) d'après les données issus de ce travail et ceux disponibles à partir des études paléomagnétiques et géochronologiques	172

PARTIE VI : ANNEXES

Figure Annexe 1.1. Représentation schématique de l'une de dix plaques de l'irradiation en masse de mai 2008.....	195
Figure Annexe 1.2. Irradiation Mai 2008. Cartes schématiques de la distribution spatiale des doses réellement absorbées par les échantillons de quartz pour chaque plaque d'irradiation (D = 400 Gy à D = 2500 Gy).....	197

Figure Annexe 1.3. Irradiation Mai 2008. Cartes schématiques de la distribution spatiale des doses réellement absorbées par les échantillons de quartz pour chaque plaque d'irradiation (D = 4000 Gy à D = 25000 Gy).....	198
Figure Annexe 1.4. Représentation schématique de l'une de dix plaques de l'irradiation en masse d'octobre 2008.....	199
Figure Annexe 1.5. Irradiation Octobre 2008. Cartes schématiques de la distribution des doses réellement absorbées par les échantillons de quartz pour chaque plaque d'irradiation (D= 400 Gy à D = 2500 Gy).....	201
Figure Annexe 1.6. Irradiation Octobre 2008. Cartes schématiques de la distribution des doses réellement absorbées par les échantillons de quartz pour chaque plaque d'irradiation (D= 4000 Gy à D = 25000 Gy).....	202
Figure Annexe 2.1. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-01-bis	207
Figure Annexe 2.2. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-01.....	207
Figure Annexe 2.3. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-02.....	207
Figure Annexe 2.4. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-03.....	208
Figure Annexe 2.5. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-04.....	208
Figure Annexe 2.6. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-05.....	208
Figure Annexe 2.7. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-06	209
Figure Annexe 2.8. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-07.	209
Figure Annexe 2.9. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-08.....	210
Figure Annexe 2.10. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-10.....	210
Figure Annexe 2.11. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-18 et TD 08-13.....	211
Figure Annexe 2.12. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-14.....	211
Figure Annexe 2.13. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-15	211
Figure Annexe 2.14. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-16.....	212
Figure Annexe 2.15. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-17.....	212
Figure Annexe 2.16. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-19.....	212
Figure Annexe 2.17. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-20.....	213
Figure Annexe 2.18. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-21	213
Figure Annexe 2.19. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-22.....	214
Figure Annexe 2.20. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-23.....	214
Figure Annexe 2.21. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-24.....	214
Figure Annexe 2.22. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-25.....	215

Figure Annexe 2.23. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-26.....	215
Figure Annexe 2.24. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-27.....	215
Figure Annexe 2.25. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-28.....	216
Figure Annexe 2.26. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-29 et TD 08-30.....	216
Figure Annexe 2.27. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-31 et TD 08-32.....	216
Figure Annexe 2.28. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-33.....	217
Figure Annexe 2.29. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-34.....	217
Figure Annexe 2.30. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-35.....	217
Figure Annexe 2.31. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-36.....	218
Figure Annexe 2.32. Courbe de régression de l'échantillon TD 08-38.....	218
Figure Annexe 2.33. Courbe de régression de l'échantillon AZN 08-10	221
Figure Annexe 2.34. Courbe de régression de l'échantillon AZN 08-04.....	221
Figure Annexe 2.35. Courbe de régression de l'échantillon AZN 08-03.....	221
Figure Annexe 2.36. Courbe de régression de l'échantillon AZN 05-01.....	222
Figure Annexe 2.37. Courbe de régression de l'échantillon AZN 05-02.....	222
Figure Annexe 2.38. Courbe de régression de l'échantillon AZN 08-06.....	222
Figure Annexe 2.39. Courbe de régression de l'échantillon AZN 05-04.....	223
Figure Annexe 2.40. Courbe de régression de l'échantillon AZN 05-03.....	223
Figure Annexe 2.41. Courbe de régression de l'échantillon AZN 05-05.....	223
Figure Annexe 2.42. Courbe de régression de l'échantillon AZA 08-07 et AZA 08-08.....	227
Figure Annexe 2.43. Courbe de régression de l'échantillon AZA 08-11 et AZA 08-09.....	227
Figure Annexe 2.44. Courbe de régression de l'échantillon PICO 08-01	231
Figure Annexe 2.45. Courbe de régression de l'échantillon PICO 08-02	231

LISTE DES TABLEAUX

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Liste des tableaux

PARTIE I : LA SIERRA DE ATAPUERCA ET SON ENVIRONNEMENT

Tableau 1.1. Séquence des nappes fluviales de la vallée de l’Arlanzón	50
Tableau 1.2. Séquence des nappes fluviales de la vallée de l’Arlanza	52
Tableau 1.3. Séquence des nappes fluviales de la vallée du Pico	53
Tableau 1.4. Séquence d’incision générale de la région NE du bassin du Duero et sa position chronologique par rapport aux données paléomagnétiques et de corrélation régionale	54

PARTIE II : DATATIONS

Tableau 2.1. Différents modèles appliqués sur des carbonates ou sur l’email dentaire et leurs fonctions mathématiques associées	78
Tableau 2.2. Paramètres d’acquisition ESR utilisés dans ce travail pour la mesure des dosimètres d’alanine	81
Tableau 2.3. Données numériques illustrant l’écart entre la dose officielle et la dose réellement reçue	83
Tableau 2.4. Facteurs de conversion en doses des teneurs en radioéléments des séries d’U et Th.....	85
Tableau 2.5. Coefficient d’atténuation des particules α	86

Tableau 2.6. Coefficient d'atténuation des particules β	87
Tableau 2.7. Paramètres d'acquisition ESR utilisés dans ce travail pour la mesure du signal du centre Al	91

PARTIE III : RESULTATS

Tableau 3.1. Données radiométriques des échantillons TD 08-01, TD 08-02 et TD 08-01bis prélevés dans le niveau TD1	106
Tableau 3.2. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons TD 08-01, TD 08-02 et TD 08-01bis prélevés dans le niveau TD1	106
Tableau 3.3. Données radiométriques des échantillons TD 08-03, TD 08-04, TD 08-05, TD 08-06 et TD 08-07 prélevés dans le niveau TD3-4	107
Tableau 3.4. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons TD 08-03, TD 08-04, TD 08-05, TD 08-06 et TD 08-07 prélevés dans le niveau TD3-4	108
Tableau 3.5. Données radiométriques des échantillons TD 08-08 à TD 08-12 prélevés dans le niveau TD5	109
Tableau 3.6. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons TD 08-08 à TD 08-12 prélevés dans le niveau TD5	109
Tableau 3.7. Données radiométriques des échantillons TD 08-13 à TD 08-19 prélevés dans le niveau TD6	111
Tableau 3.8. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons TD 08-13 à TD 08-19 prélevés dans le niveau TD6	112
Tableau 3.9. Données radiométriques des échantillons TD 08-21 et TD 08-20 prélevés dans le niveau TD7	113
Tableau 3.10. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons TD 08-21 et TD 08-20 prélevés dans le niveau TD7	113
Tableau 3.11. Données radiométriques des échantillons TD 08-24, TD 08-23 et TD 08-22 prélevés dans le niveau TD8	114
Tableau 3.12. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons TD 08-24, TD 08-23 et TD 08-22 prélevés dans le niveau TD8	114
Tableau 3.13. Données radiométriques de l'échantillon TD 08-25 prélevé dans le niveau TD8-9	116
Tableau 3.14. Données dosimétriques et chronologiques de l'échantillon TD 08-25 prélevé dans le niveau TD8-9	116
Tableau 3.15. Données radiométriques des échantillons TD 08-26 et TD 08-27 prélevés dans le niveau TD9	116

Tableau 3.16. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons TD 08-26 et TD 08-27 prélevés dans le niveau TD9	117
Tableau 3.17. Données radiométriques des échantillons TD 08-28 à TD 08-34 prélevés dans le niveau TD10	118
Tableau 3.18. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons TD 08-28 à TD 08-34 prélevés dans le niveau TD10	119
Tableau 3.19. Données radiométriques des échantillons TD 08-35 à TD 08-38 prélevés dans le niveau TD11 et la Terra Rossa	120
Tableau 3.20. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons TD 08-35 à TD 08-38 prélevés dans le niveau TD11 et la Terra Rossa	120
Tableau 3.21. Données radiométriques des échantillons TD S 08-01 à TD S 08-04 prélevés dans la partie basale sud de Gran Dolina	121
Tableau 3.22. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons TD S 08-01 à TD S 08-04 prélevés dans la partie basale sud de Gran Dolina	121
Tableau 3.23. Données radiométriques de l'échantillon TP 08-01 prélevé dans Trinchera Penal ...	124
Tableau 3.24. Données dosimétriques et chronologiques de l'échantillon TP 08-01 prélevé dans Trinchera Penal	124
Tableau 3.25. Données radiométriques de l'échantillon AZN 05-05 prélevé dans la nappe T _{3AZN} (+70-78 m) de l'Arlanzón	130
Tableau 3.26. Données dosimétriques et chronologiques de l'échantillon AZN 05-05 prélevé dans la nappe T _{3AZN} (+70-78 m) de l'Arlanzón	130
Tableau 3.27. Données radiométriques des échantillons AZN 05-04 et AZN 05-03 prélevés dans la nappe T _{4AZN} (+60-67 m) de l'Arlanzón	132
Tableau 3.28. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons AZN 05-04 et AZN 05-03 prélevés dans la nappe T _{4AZN} (+60-67 m) de l'Arlanzón	132
Tableau 3.29. Données radiométriques des échantillons AZN 05-01, AZN 05-02, AZN 08-05 et AZN 08-06 prélevés dans la nappe T _{5AZN} (+50-54 m) de l'Arlanzón	134
Tableau 3.30. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons AZN 05-01, AZN 05-02, AZN 08-05 et AZN 08-06 prélevés dans la nappe T _{5AZN} (+50-54 m) de l'Arlanzón	134
Tableau 3.31. Données radiométriques des échantillons AZN 08-04 et AZN 08-03 prélevés dans la nappe T _{8AZN} (+26-35 m) de l'Arlanzón	136
Tableau 3.32. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons AZN 08-04 et AZN 08-03 prélevés dans la nappe T _{8AZN} (+26-35 m) de l'Arlanzón	136
Tableau 3.33. Données radiométriques de l'échantillon AZN 08-10 prélevé dans la nappe T _{11AZN} (+12-13 m) de l'Arlanzón	137

Tableau 3.34. Données dosimétriques et chronologiques de l'échantillon AZN 08-10 prélevé dans la nappe T11_{AZN} (+12-13 m) de l'Arlanzón137

Tableau 3.35. Données radiométriques de l'échantillon AZA 08-09 prélevé dans la nappe T5_{AZA} (+73-79 m) de l'Arlanza140

Tableau 3.36. Données dosimétriques et chronologiques de l'échantillon AZA 08-09 prélevé dans la nappe T5_{AZA} (+73-79 m) de l'Arlanza140

Tableau 3.37. Données radiométriques de l'échantillon AZA 08-11 prélevé dans la nappe T6_{AZA} (+64-67 m) de l'Arlanza141

Tableau 3.38. Données dosimétriques et chronologiques de l'échantillon AZA 08-11 prélevé dans la nappe T6_{AZA} (+64-67 m) de l'Arlanza 141

Tableau 3.39. Données radiométriques de l'échantillon AZA 08-08 prélevé dans la nappe T10_{AZA} (+33-36 m) de l'Arlanza142

Tableau 3.40. Données dosimétriques et chronologiques de l'échantillon AZA 08-08 prélevé dans la nappe T10_{AZA} (+33-36 m) de l'Arlanza143

Tableau 3.41. Données radiométriques de l'échantillon AZA 08-07 prélevé dans la nappe T13_{AZA} (+12-17 m) de l'Arlanza 144

Tableau 3.42. Données dosimétriques et chronologiques de l'échantillon AZA 08-07 prélevé dans la nappe T13_{AZA} (+12-17 m) de l'Arlanza144

Tableau 3.43. Données radiométriques des échantillons PICO 08-01 et PICO 08-02 prélevés dans la nappe T_{PICO} (+8-20 m) du Pico146

Tableau 3.44. Données dosimétriques et chronologiques des échantillons PICO 08-01 et PICO 08-02 prélevés dans la nappe T_{PICO} (+8-20 m) du Pico146

MENCIÓN EUROPEA

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Resumen

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

1. INTRODUCCIÓN

La Sierra de Atapuerca, situada al NE de la cuenca del Duero, es un pequeño conjunto montañoso caracterizado por un desarrollado sistema kárstico en cuyas cavidades ha quedado registrada la actividad humana, desde el Pleistoceno inferior hasta nuestros días, en forma de yacimientos arqueológicos. Algunos de ellos, como Gran Dolina, Galería, Sima del Elefante o Sima de los Huesos, se encuentran entre los más importantes dentro del estudio de la prehistoria europea.

Debido a la importancia del complejo arqueológico de la Sierra de Atapuerca, numerosas investigaciones han sido realizadas desde comienzos de los años 80 con el principal objetivo de mejorar la comprensión sobre la formación de los rellenos de los yacimientos y la relación existente entre dichos rellenos y el entorno próximo de la Sierra. Para ello se ha combinado el estudio sobre la evolución geomorfológica del paisaje de la Sierra de Atapuerca (Benito-Calvo, 2004) con el estudio del sistema endokárstico de dicha sierra (Ortega, 2009). Estos trabajos sugieren la existencia de una relación entre la formación de la red fluvial del NE de la cuenca del Duero y la evolución del sistema endokárstico multinivel de la Sierra de Atapuerca.

Esta tesis doctoral se engloba dentro de esta línea de investigación y pretende aportar nuevos datos desde un punto de vista geocronológico.

2. OBJETIVOS

El objetivo principal de esta tesis doctoral es establecer un marco cronoestratigráfico regional que permita correlacionar, a partir de dataciones paleodosimétricas, la formación y la evolución de los sistemas fluviales del Arlanzón, del Arlanza y del Pico con la evolución del sistema endokárstico multinivel de la Sierra de Atapuerca. La correlación entre redes hidrográficas externas (ríos) e internas (karst) basada en la aplicación de dataciones absolutas ya ha sido realizada en otros lugares, como por ejemplo, en China (Yang et al., 2011) constituyendo, este tipo de estudios un importante referente de reflexión para nuestro propio trabajo. En este trabajo que aquí se presenta se pretende elaborar un marco cronoestratigráfico regional de cada uno de los valles fluviales además de la datación sistemática de todos los niveles que forman el yacimiento de Gran Dolina para poder cumplir con este primer objetivo.

Para abordar este estudio, se ha utilizado la Resonancia Paramagnética Electrónica aplicada a granos de cuarzo ópticamente blanqueados (ESR-OB) extraídos de los sedimentos como técnica de datación. Este tipo de datación está basado en la puesta a cero de la señal bajo los efectos de la luz solar (blanqueamiento óptico) durante su transporte y antes de su enterramiento. Las investigaciones realizadas en diferentes valles fluviales de Francia, como el valle del Cher, del Loira (Despriée et al., 2003; Voinchet et al., 2010) o de la Somme (Bahain et al., 2007), han proporcionado buenos resultados en este tipo de sedimentos validando la aplicación de la datación por ESR-OB en contexto fluvial. Sin embargo, dicha técnica no se ha aplicado con anterioridad a sedimentos en contexto kárstico.

En esta tesis doctoral, basándonos en los estudios geológicos efectuados en los sedimentos del relleno kárstico del yacimiento de Gran Dolina y que confirman que los granos de cuarzo presentes en dichos sedimentos proceden del exterior de la cavidad, hemos intentado ampliar el campo de aplicación de la técnica a este tipo de contexto geológico utilizando los sedimentos depositados en Gran Dolina. Este estudio constituye uno de los objetivos principales de la tesis desde un punto de vista metodológico.

3. MUESTREO

Durante el mes de julio de 2008 se realizó una campaña de muestreo en la que se tomaron 51 muestras de sedimento. 39 de estas muestras se recogieron en la secuencia estratigráfica de Gran Dolina la cual fue muestreada exhaustivamente desde los niveles inferiores (TD1) hasta los niveles superiores (TD11 y Terra Rossa). Una muestra fue recogida en el yacimiento de Penal situado justo en frente de Gran Dolina con el objetivo de establecer si existe o no una correlación entre los dos yacimientos. En cuanto a los valles fluviales, varias terrazas del Arlanzón, del Arlanza

y del Pico fueron muestreadas obteniendo un total de 11 muestras: 5 en el valle del Arlanzón, 4 en el valle del Arlanza y 2 en el valle del río Pico. Además, se utilizaron las 5 muestras recogidas en el valle del Arlanzón en otra campaña de muestreo realizada en 2005.

4. METODOLOGÍA

La datación por ESR-OB es un método paleodosimétrico en el que se evalúan los efectos de la radioactividad natural sobre la muestra geológica o arqueológica. Estas radiaciones ionizantes provocan movimientos en la estructura electrónica de los minerales y algunas cargas eléctricas pueden quedar atrapadas en los defectos puntuales de la estructura cristalina formando lo que se conoce como “centros paramagnéticos”. En el caso del cuarzo, éste posee varios centros paramagnéticos que pueden ser utilizados con fines geocronológicos (Germanio (Ge), Titanio (Ti), Aluminio (Al)...) aunque el centro Al es, probablemente, el más utilizado en geocronología. Estos centros generan una señal detectable por espectrometría ESR cuya intensidad es proporcional a la cantidad de cargas atrapadas en la celda cristalina. El método de datación por ESR-OB se basa en la puesta a cero de la señal ESR bajo la influencia de la luz solar (blanqueo óptico). A partir del momento en el que la muestra deja de estar expuesta a la luz solar, la señal ESR aumenta bajo el efecto de la radioactividad natural. El evento datado es, por tanto, el momento de recubrimiento por nuevos sedimentos de la muestra.

El cálculo de edad por esta técnica se realiza con la función siguiente:

$$D_T = \int_0^T d_a(t) dt$$

donde D_T (dosis total) es la dosis total de radiación absorbida por la muestra ($t=0$) hasta que fue recogida ($t=T$) y d_a (dosis anual) o dosis natural absorbida por la muestra durante un año. Si la dosis anual es constante [$d_a(t) = d_a$], la edad de la muestra puede calcularse a partir de la fórmula siguiente:

$$T = \frac{D_T}{d_a}$$

El cálculo de una edad ESR depende, por tanto, de la determinación de la dosis total y de la dosis anual. Para ello, en esta tesis doctoral todas las muestras han sido sometidas a un protocolo analítico (Fig. 2.13), explicado en detalle en el capítulo 5, que permite calcular estos dos parámetros y, por tanto, calcular una edad para cada una de las muestras. En este protocolo, se utiliza sistemáticamente el centro Al y una función SSE+LIN2 (Chapitre 5).

5. RESULTADOS Y CONCLUSIÓN

Los resultados obtenidos en el yacimiento de Gran Dolina son coherentes con el marco cronoestratigráfico que había sido establecido a partir de estudios faunísticos, análisis paleomagnéticos y la aplicación de otras técnicas de datación como la luminiscencia (TL o IRSL) o la ESR/U-Th combinada (Berger et al., 2008 ; Falguères et al., 1999 ; Parés & Pérez-González, 1999). Esta coherencia demuestra el elevado potencial de la técnica de datación por resonancia paramagnética electrónica aplicada a cuarzo blanqueado ópticamente (ESR-OB) en contexto kárstico y, por lo tanto, ofrece la posibilidad de datar de forma absoluta los yacimientos prehistóricos de Pleistoceno inferior a Pleistoceno superior localizados en cuevas y que contengan facies de exterior. La posibilidad de aplicar esta técnica a sedimentos antiguos es una de las principales ventajas de la ESR-OB frente a otros métodos de datación radiométricos (U-Th) o paleodosimétricos como la luminiscencia que presentan una rápida saturación de los centros paramagnéticos estudiados y no permiten datar sedimentos antiguos.

El estudio geocronológico realizado en los sistemas fluviales de los valles del Arlanzón y del Arlanza confirman la eficacia de la ESR-OB como método de datación de sedimentos en contexto fluvial. Estos nuevos datos, además, sugieren una velocidad de incisión más débil en el valle del Arlanzón que en el valle del Arlanza por lo que creemos que el modelo de correlación regional de ambos valles, establecido en 2004, debería ser revisado. El nuevo modelo elaborado a partir de datos radiométricos pone de manifiesto la existencia de terrazas encajadas en el valle del Arlanzón y una diferencia de unos veinte metros entre las terrazas más altas correlacionadas en ambos valles.

Gracias a estos resultados de tesis que, ofrecen la posibilidad de datación de sedimentos en contexto kárstico y confirman la eficacia de la datación de sistemas fluviales por ESR-OB, se pudo realizar la correlación de las terrazas fluviales del valle del Arlanzón con los niveles estratigráficos del relleno de Gran Dolina. Sin embargo, la posibilidad de correlación entre ambos sistemas gracias a la utilización de resultados ESR-OB y de datos preexistentes (fauna, paleomagnetismo, dataciones...) no se limita al yacimiento de Gran Dolina sino que puede aplicarse a las secuencias estratigráficas de otros importantes yacimientos de la Trinchera del Ferrocarril como Galería o Sima del Elefante. De esta manera, un modelo de correlación entre los principales yacimientos del nivel intermedio del sistema kárstico multinivel de la Sierra de Atapuerca (Gran Dolina, Galería y Sima del Elefante) ha sido propuesto en este trabajo (Fig. 4.8).

6. PERSPECTIVAS

Para demostrar la validez de estas correlaciones sería necesario realizar la datación sistemática de todos los niveles de los yacimientos de Galería y Sima del Elefante utilizando la

misma técnica (ESR-OB) lo que nos permitiría, además, confirmar su eficacia como método de datación de yacimientos en cueva de cronologías antiguas.

Los sistemas fluviales del Arlanzón y del Arlanza deberían igualmente ser remuestreados en su totalidad haciendo un mayor énfasis en aquellas terrazas que no fueron estudiadas en este trabajo y en las terrazas superiores. El objetivo es conocer más en detalle el proceso de incisión de los sistemas fluviales del NE de la cuenca del Duero además de aportar información sobre la relación entre las diferentes fases de formación de las galerías superiores (las más antiguas) del sistema kárstico de la Sierra de Atapuerca y la evolución geomorfológica de la cuenca durante el Pleistoceno inferior.

El valle del río Pico debería ser nuevamente muestreado para obtener nuevos resultados que permitan integrar este río dentro del modelo regional de correlación de la red hidrográfica del NE de la cuenca del Duero.

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Introducción

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

La Sierra de Atapuerca es un pequeño conjunto montañoso que se ha convertido en un lugar de referencia obligatoria para cualquier estudio sobre evolución humana gracias a los excepcionales yacimientos arqueológicos y paleontológicos que alberga en su interior. Dichos yacimientos se formaron durante el relleno de las diferentes cavidades del sistema kárstico multiniveles entre el Pleistoceno Inferior y el Holoceno. El sector de la Trinchera del Ferrocarril (Fig. 1) contiene dos de los yacimientos más importantes de este complejo: Gran Dolina y Sima del Elefante. El techo del nivel TD6 de Gran Dolina ha proporcionado restos de homínidos a partir de los cuales se definió la especie *Homo antecessor* (Bermúdez de Castro et al., 1997). Por otro lado, en el nivel TE9 de la Sima del Elefante fue descubierto un fragmento de mandíbula humana, recientemente atribuido a *Homo sp* (Bermúdez de Castro et al., 2011). Las dataciones radiométricas efectuadas en este nivel por núclidos cosmogénicos sugieren una edad de $1,22 \pm 0,16$ Ma para esta mandíbula lo que la convierte en el resto humano más antiguo de Europa (Carbonell et al., 2008). Gran Dolina y Sima del Elefante forman parte del conjunto de yacimientos europeos que sugieren el poblamiento humano de Europa desde el Pleistoceno inferior, apoyando de esta manera la hipótesis de una colonización antigua del continente (Carbonell et al., 1996).



Figura 1. La Trinchera del Ferrocarril en la Sierra de Atapuerca. Localización de los principales yacimientos arqueológicos del sector

Debido a la importancia del complejo arqueológico de la Sierra de Atapuerca en el estudio de la prehistoria de Europa occidental, numerosas investigaciones han sido realizadas desde comienzos de los años 80 con el principal objetivo de mejorar la comprensión sobre la formación de los rellenos de los yacimientos y la relación existente entre dichos rellenos y el entorno próximo de la Sierra. Dentro de este marco, se ha combinado el estudio sobre la evolución geomorfológica del paisaje de la Sierra de Atapuerca (Benito-Calvo, 2004) con el estudio del sistema endokárstico de dicha sierra (Ortega, 2009). Estos estudios sugieren la existencia de una relación entre la formación de la red fluvial del NE de la cuenca del Duero y la evolución del sistema endokárstico multinivel de la Sierra de Atapuerca.

La tesis doctoral que aquí se presenta constituye un nuevo enfoque sobre el estudio del medio físico de la Sierra de Atapuerca. Ésta pretende establecer un marco cronoestratigráfico regional que permita correlacionar, a partir de dataciones paleodosimétricas, la formación y la evolución de los sistemas fluviales del Arlanzón, del Arlanza y del Pico con la evolución del sistema endokárstico multinivel de la Sierra de Atapuerca. La correlación entre redes hidrográficas externas (ríos) e internas (karst) basada en la aplicación de dataciones absolutas ya ha sido realizada en otros lugares, como por ejemplo, en China (Yang et al., 2011). Estos estudios constituyen un importante referente de reflexión para nuestro propio trabajo.

Para abordar este estudio, se ha utilizado la Resonancia Paramagnética Electrónica aplicada a granos de cuarzo ópticamente blanqueados (ESR-OB) extraído de los sedimentos fluviales de estos tres ríos y del relleno kárstico del yacimiento de Gran Dolina.

La datación ESR de granos de cuarzo extraídos de sedimentos está basada en la puesta a cero de la señal bajo los efectos de la luz solar (blanqueamiento óptico) durante su transporte y antes de su enterramiento. Desde el momento en el que el cuarzo deja de estar en contacto con la radiación UV de la luz solar, la señal ESR vuelve a aumentar bajo el efecto de la radioactividad natural. Por tanto, el evento datado es el momento a partir del cual la muestra deja de estar expuesta a la luz solar, es decir, el momento de sedimentación en el interior de un karst o, en el caso de los sedimentos fluviales, el momento de recubrimiento por nuevos sedimentos.

El cuarzo es un mineral de gran interés en geología del Cuaternario puesto que está presente en la mayoría de las formaciones geológicas, sobretudo en las formaciones sedimentarias fluviales. Las investigaciones realizadas en diferentes valles fluviales de Francia, como el valle del Cher, del Loira (Despriée et al., 2003; Voinchet et al., 2010) o de la Somme (Bahain et al., 2007), han proporcionado buenos resultados en este tipo de sedimentos validando, de esta manera, la aplicación de esta técnica de datación en contexto fluvial. Sin embargo, dicha técnica nunca se ha aplicado con anterioridad a sedimentos en contexto kárstico puesto que es difícil de estimar si el blanqueo óptico que los granos de cuarzo han podido sufrir antes de quedar atrapados en las cavidades del sistema kárstico es suficiente para que puedan ser datados. En esta tesis doctoral, basándonos en los estudios geológicos efectuados en los sedimentos del relleno kárstico que constituyen el yacimiento de Gran Dolina y que confirman que los granos de cuarzo presentes en dichos sedimentos proceden del exterior de la cavidad, hemos intentado ampliar el campo de aplicación de la técnica a este tipo de contexto geológico utilizando los sedimentos depositados en Gran Dolina. De esta manera, la datación sistemática de los niveles que forman dicho yacimiento constituirá una parte muy importante del trabajo efectuado en esta tesis.

La datación del yacimiento de Gran Dolina por ESR-OB presenta, por lo tanto, un doble interés: desde un punto de vista metodológico, puesto que el completo cuadro magneto-crono estratigráfico (TL y ESR/U-Th y los estudios paleomagnéticos) existente en la parte superior (niveles TD6 a TD11) del relleno representa una oportunidad única para ajustar la técnica y, desde un punto de vista prehistórico, puesto que la parte inferior (niveles TD1 a TD5) nunca ha sido datada. Estos niveles corresponden además con los depósitos más antiguos de la secuencia y podrían estar relacionados con los niveles inferiores del yacimiento de Sima del Elefante, concretamente con el nivel TE9.

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Conclusión

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Uno de los objetivos iniciales de esta tesis doctoral era evaluar el potencial de la datación de yacimientos arqueológicos en contexto kárstico utilizando la técnica de la resonancia paramagnética electrónica (ESR) sobre cuarzo. Para ello, se aplicó dicha técnica a las muestras recogidas en el yacimiento arqueológico de Gran Dolina (Sierra de Atapuerca). La datación de los sistemas fluviales de los valles del Arlanzón, Arlanza y Pico, constituyendo una parte importante de este trabajo, tenía un doble objetivo. En primer lugar, elaborar un marco cronoestratigráfico regional que permitiera posicionar cronológicamente los yacimientos arqueológicos localizados en contexto fluvial. Y, en segundo lugar, intentar establecer las relaciones existentes entre la formación del karst multinivel de la Sierra de Atapuerca y la evolución del valle del Arlanzón. La correlación de las terrazas fluviales y de los diferentes niveles del yacimiento de Gran Dolina constituía el objetivo principal de este trabajo.

Los resultados obtenidos en el yacimiento de Gran Dolina son coherentes con el marco cronoestratigráfico que había sido establecido a partir de estudios faunísticos, análisis paleomagnéticos y la aplicación de otras técnicas de datación como la luminiscencia (TL o IRSL) o la ESR/U-Th combinada (Berger et al., 2008 ; Falguères et al., 1999 ; Parés & Pérez-González, 1999). Esta coherencia demuestra el elevado potencial de la técnica de datación por resonancia paramagnética electrónica aplicada a cuarzo blanqueado ópticamente (ESR-OB) en contexto

kárstico y, por lo tanto, ofrece la posibilidad de datar de forma absoluta los yacimientos prehistóricos de Pleistoceno inferior a Pleistoceno superior localizados en cuevas y que contengan facies de exterior. La posibilidad de aplicar esta técnica a sedimentos antiguos es una de las principales ventajas de la ESR-OB frente a otros métodos de datación radiométricos (U-Th) o paleodosimétricos como la luminiscencia. La rápida saturación de los centros paramagnéticos estudiados en esta última técnica no permite datar este tipo de sedimentos mientras que este inconveniente no ha sido, por el momento, encontrado en el estudio de la señal de aluminio utilizada en la datación por ESR-OB.

El estudio geocronológico realizado en los sistemas fluviales de los valles del Arlanzón y del Arlanza confirman la eficacia y la pertinencia de la utilización de la ESR-OB como método de datación de sedimentos en contexto fluvial ya que los resultados obtenidos son coherentes con el marco cronoestratigráfico previamente elaborado a partir de estudios geomorfológicos y paleomagnéticos. Estos nuevos datos sugieren una velocidad de incisión más débil en el valle del Arlanzón que en el valle del Arlanza por lo que creemos que el modelo de correlación regional de ambos valles establecido en 2004 debería ser revisado. El nuevo modelo elaborado a partir de datos radiométricos pone de manifiesto la existencia de terrazas encajadas en el valle del Arlanzón y una diferencia de unos veinte metros entre las terrazas más altas correlacionadas en ambos valles.

Gracias a estos primeros resultados de tesis que ofrecen la posibilidad de datación de sedimentos en contexto kárstico y confirman la eficacia de la datación de sistemas fluviales por ESR-OB, se pudo realizar la correlación de las terrazas fluviales del valle del Arlanzón con los niveles estratigráficos del relleno de Gran Dolina. Esta correlación ha permitido observar la relación existente entre el depósito de los primeros niveles de Gran Dolina y la formación de las terrazas T1_{AZN} y T2_{AZN}, el sincronismo entre el depósito de TD6 con la base de la terraza T4_{AZN} o la relación directa entre el techo de TD10 (TD10-1 y TD10-2) con la terraza T8_{AZN}. Sin embargo, la posibilidad de correlación entre ambos sistemas gracias a la utilización de resultados ESR-OB y de datos preexistentes (fauna, paleomagnetismo, dataciones...) no se limita al yacimiento de Gran Dolina sino que puede aplicarse a las secuencias estratigráficas de otros importantes yacimientos de la Trinchera del Ferrocarril como Galería o Sima del Elefante. De esta manera, un modelo de correlación entre los principales yacimientos del nivel intermediario del sistema kárstico multinivel de la Sierra de Atapuerca (Gran Dolina, Galería y Sima del Elefante) ha sido propuesto en este trabajo (Fig. 4.8). Este modelo corrobora la hipótesis de correlación entre el nivel TD1 de Gran Dolina y el nivel TEg de la Sima del Elefante confirmando la antigüedad de los restos humanos de dichos yacimientos arqueológicos. Igualmente, sugiere la contemporaneidad del techo de TD10

(TD10-1 y TD10-2) de Gran Dolina con la base del nivel TGII de Galería. La aparición de industria lítica con bifaces en Gran Dolina podría confirmar esta correlación.

Sin embargo, para demostrar la validez de estas correlaciones sería necesario realizar la datación sistemática de todos los niveles de los yacimientos de Galería y Sima del Elefante utilizando la misma técnica (ESR-OB) lo que nos permitiría, además, confirmar la eficacia de dicha técnica como método de datación de yacimientos en cueva de cronologías antiguas. En este estudio, sin embargo, no se ha podido ni confirmar ni desmentir la posible relación existente entre el yacimiento de Penal y Gran Dolina y creemos que Penal debería volver a ser muestreado con el objetivo de responder a esta importante cuestión.

Los sistemas fluviales del Arlanzón y del Arlanza deberían igualmente ser remuestreados en su totalidad haciendo un mayor énfasis en aquellas terrazas que no fueron estudiadas en este trabajo y en las terrazas superiores. Este estudio completo de ambos valles permitiría conocer más en detalle el proceso de incisión de los sistemas fluviales del NE de la cuenca del Duero además de aportar información sobre la relación entre las diferentes fases de formación de las galerías superiores (las más antiguas) del sistema kárstico de la Sierra de Atapuerca y la evolución geomorfológica de la cuenca durante el Pleistoceno inferior.

En el caso del valle del Arlanza, un control geológico exhaustivo debería efectuarse en el afloramiento muestreado tanto para realizar la datación por ESR-OB como por TL para determinar si se trata de la terraza T12_{AZA} o T13_{AZA}. En el caso del Arlanzón, habría que realizar igualmente un estudio geológico y geocronológico detallado para confirmar o no la hipótesis de un encajamiento de dos terrazas fluviales en torno al límite Matuyama-Brunhes establecido en la T4_{AZN}. Estos estudios permitirán seleccionar uno de los tres modelos regionales propuestos. El primero de estos modelos indica una terraza T4_{AZN} dividida en dos cuyo techo estaría en relación con la T5_{AZA} y la base con la T4_{AZA}. El segundo modelo sugiere que la terraza T4_{AZN} se situaría por encima del límite Matuyama-Brunhes y estaría correlacionada con la T5_{AZA}. Finalmente, en el tercer modelo la T4_{AZN} estaría por debajo de este límite y se correlacionaría con la T4_{AZA}.

El valle del río Pico debería ser nuevamente muestreado para obtener nuevos resultados que puedan utilizarse con el objetivo de integrar este río dentro del modelo regional de correlación de la red hidrográfica del NE de la cuenca del Duero.

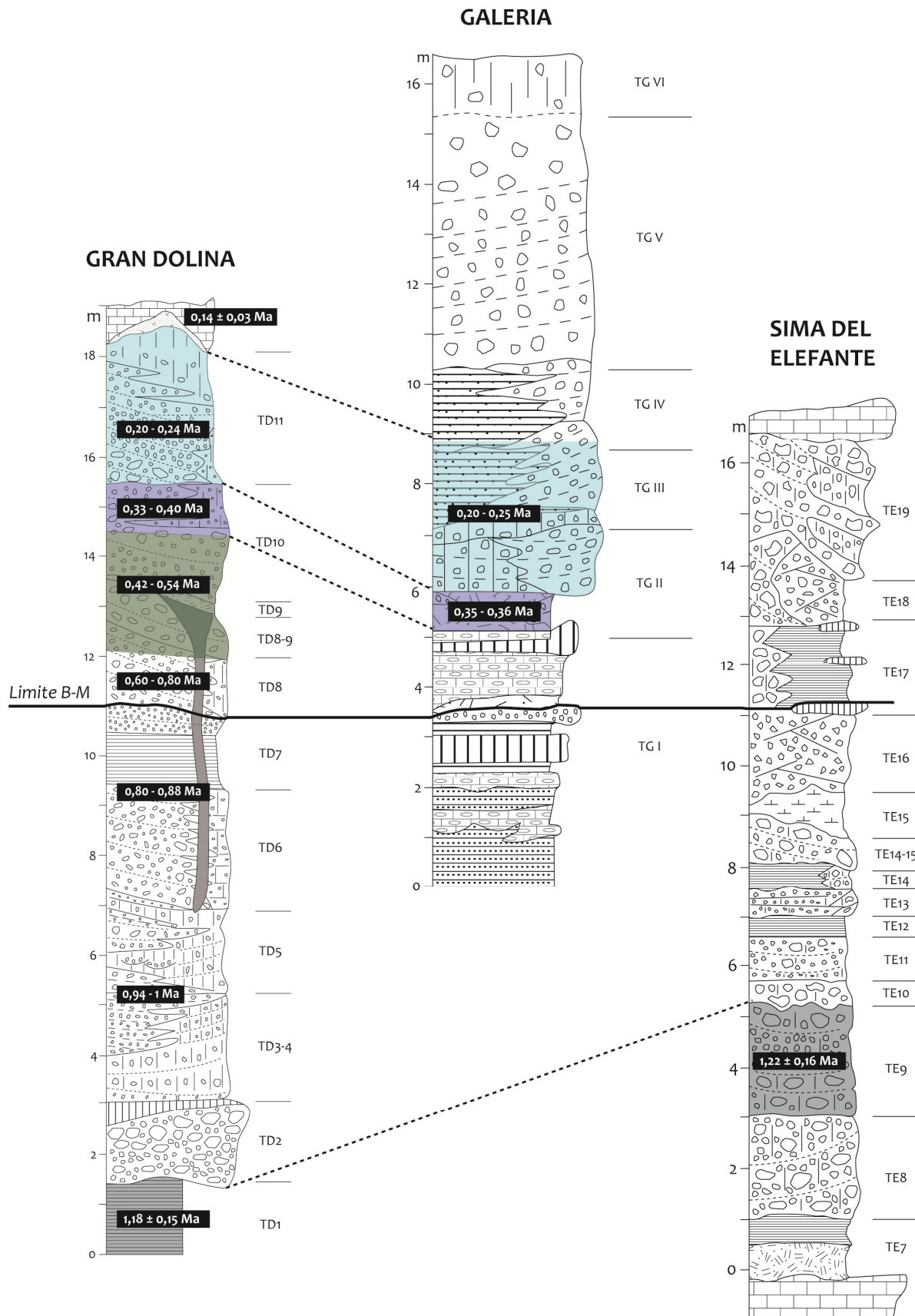


Figura 4.8. Modelo de correlación entre los yacimientos prehistóricos de la Trinchera del Ferrocarril (Gran Dolina, Galería et Sima del Elefante) propuesto a partir de los resultados obtenidos en este trabajo y de los datos disponibles a partir de estudios paleomagnéticos y geocronológicos ((Falgüères et al (1999), Berger et al (2008), Carbonell et al (2008) y Falgüères et al (souis))

UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI
DATATION PAR ESR DE QUARTZ OPTIQUEMENT BLANCHIS (ESR-OB) DE LA RÉGION DE ATAPUERCA (BURGOS, ESPAGNE).
APPLICATION AU SITE PRÉHISTORIQUE DE GRAN DOLINA (CONTEXTE KARSTIQUE) ET AUX SYSTÈMES FLUVIATILES
QUATERNAIRES DE L'ARLANZÓN ET L'ARLANZA
Davinia Moreno García
DL:T. 1706-2011

Datación por ESR del yacimiento arqueológico del Pleistoceno inferior de Vallparadís (Terrassa, Cataluña, España)

ESR dating of the Early Pleistocene archaeological site at Vallparadís (Terrassa, Cataluña, Spain)

Mathieu Duval (*)
Davinia Moreno ()** (***)
Qingfeng Shao ()**
Pierre Voinchet ()**
Christophe Falguères ()**

Jean-Jacques Bahain ()**
Tristan Garcia (**)**
Joan García (*)**
Kenneth Martínez (*)**

RESUMEN

Excavado entre 2005 y 2007, el yacimiento de Vallparadís (Terrassa, España) ha aportado una fauna rica y diversa en asociación con un importante conjunto lítico de Modo 1. Con el objetivo de completar el marco cronoestratigráfico, se hicieron dataciones por los métodos de Resonancia Paramagnética Electrónica (*Electron Spin Resonance*, ESR) y ESR combinada con uranio-torio sobre algunas muestras de granos de cuarzo extraídos de sedimentos y dientes fósiles, respectivamente. Los resultados obtenidos son muy significativos, ofreciendo edades ESR promedias de $0,83 \pm 0,13$ Ma (2σ) para el nivel arqueológico de referencia del yacimiento (nivel 10) y de $0,79 \pm 0,23$ Ma (2σ) para el nivel arqueológico 12 de la secuencia de Vallparadís. Dichos resultados por ESR concuerdan con los obtenidos a partir de la biocronología y del paleomagnetismo. El yacimiento de Vallparadís dispone ahora de un marco cronoestratigráfico fiable y coherente, que permite situarlo cronológicamente a finales del Pleistoceno inferior, dentro de un rango temporal comprendido entre los eventos geomagnéticos de Jaramillo y Brunhes. Dicho yacimiento junto a los de Gran Dolina TD-6 y Sima del Elefante TE-9, en Atapuerca, Burgos, se posiciona como un yacimiento clave para el estudio de los primeros poblamientos humanos de Europa.

ABSTRACT

Excavated between 2005 and 2007, the site of Vallparadís (Terrassa, Spain) has given an abundant and diversified fauna associated with a rich Mode 1 industry. In

order to complete the chronostratigraphic framework, we performed ESR and combined US-ESR dating applied to quartz grains extracted from sediments and fossil teeth, respectively. The results obtained are very significant, giving a weighted mean ESR age of 0.83 ± 0.13 Ma (2σ) for the reference archaeological level of the site (level 10) and another of 0.79 ± 0.23 Ma (2σ) for the archaeological level 12 of the Vallparadís sequence. These ESR results are in total agreement with the ones derived from biochronology and paleomagnetism. This whole dataset allows the elaboration of a reliable and consistent chronostratigraphic framework which chronologically places Vallparadís site in the late Early Pleistocene period, i.e. within a time range comprised between Jaramillo and Brunhes geomagnetic events. Consequently, as well as Gran Dolina-TD6 and Sima del Elefante- TE9 sites, in Atapuerca, Burgos, Vallparadís can be therefore considered as a key site for the study of early hominid settlements in Europe.

Palabras clave: Península Ibérica; Colonización de Eurasia; Industria Modo 1; Geocronología; Datación por Resonancia Paramagnética Electrónica; Uranio-torio; Dientes fósiles.

(**) Muséum National d'Histoire Naturelle, Département de Préhistoire, UMR7194 du CNRS. 1 rue R. Panhard. 75013 Paris. Francia. Correos e.: moreno@mnhn.fr; qingfengshao@hotmail.com; pvoinch@mnhn.fr; falguere@mnhn.fr; bahain@mnhn.fr

(***) Àrea de Prehistòria - Institut Català de Paleoeologia Humana i Evolució Social (IPHES). Universitat Rovira i Virgili. Pza. Imperial Tàrraco 1. 45003 Tàrragona. España. Correos e.: davinia.moreno@urv.cat; jgarcia@prehistoria.urv.cat; kenneth@prehistoria.urv.cat

(****) CEA, LIST, Laboratoire National Henri Becquerel (LNE LNH). 91191 Gif-sur-Yvette. Francia. Correo e.: tristan.garcia@cea.fr

Recibido: 12-IV-2010; aceptado: 16-VI-2010.

(*) Centro Nacional de Investigación sobre la Evolución Humana (CENIEH). Paseo de Atapuerca s/n. 09002 Burgos. España. Correo e.: mathieu.duval@cenieh.es

Key words: *Iberian Peninsula; Early hominid settlements in Eurasia; Mode 1 industry; Geochronology; ESR dating; Uranium-Thorium; Fossil teeth.*

1. INTRODUCCIÓN

Desde hace algunas décadas, numerosas evidencias de ocupación humana antigua han sido descubiertas a lo largo del continente europeo. Esto ha permitido empezar a establecer un marco cronoestratigráfico y cultural relativamente fiable de la primera expansión humana europea (Carbonell y Rodríguez 2006; Lumley *et al.* 2009). La mayoría de los yacimientos arqueológicos se localizan en la cuenca mediterránea, en Francia (Pont-de-Lavaud, Despriée *et al.* 2006; cueva de Vallonnet, Lumley *et al.* 1988), en Italia (Monte Poggiolo, Peretto *et al.* 1998), en España (Gran Dolina, Parés y Pérez-González 1999; Sima del Elefante, en Atapuerca, Carbonell *et al.* 2008; Barranco León y Fuente Nueva-3, Martínez-Navarro *et al.* 1997; Oms *et al.* 2000) y en Georgia (Dmanisi, Lordkipanidze *et al.* 2007). Descubiertos en los años 1980-1990, dichos yacimientos han proporcionado tanto fósiles humanos como testimonios de actividades humanas (industria lítica, marcas de corte sobre huesos), lo cual ha permitido retrasar la llegada del género *Homo* en Europa al Pleistoceno inferior. Además de estos yacimientos “históricos”, considerados hoy como referentes, se descubrieron más recientemente otros con posibles trazas de ocupaciones humanas y cuyos primeros estudios refuerzan la hipótesis de una colonización antigua de Europa: Pirro Nord (Italia, Arzarello *et al.* 2007), Lézignan-la-Cèbe (Francia, Crochet *et al.* 2009), Lunery (Francia, Despriée *et al.* 2007, 2010) y Kozarnika (Bulgaria, Guadelli *et al.* 2005).

Vallparadís (Terrassa, Cataluña) (Fig. 1), descubierto en 2005 durante las obras de construcción de una estación de tren, pertenece a este último conjunto de nuevos yacimientos. Los primeros resultados obtenidos a partir del estudio de la fauna y del paleomagnetismo han mostrado su antigüedad. Con el objetivo de completar el marco cronoestratigráfico preliminar establecido a partir de estos trabajos, era necesaria la aplicación de un método de datación absoluta. Debido al contexto geológico, el material disponible *in situ* y el rango de tiempo estudiado, el método

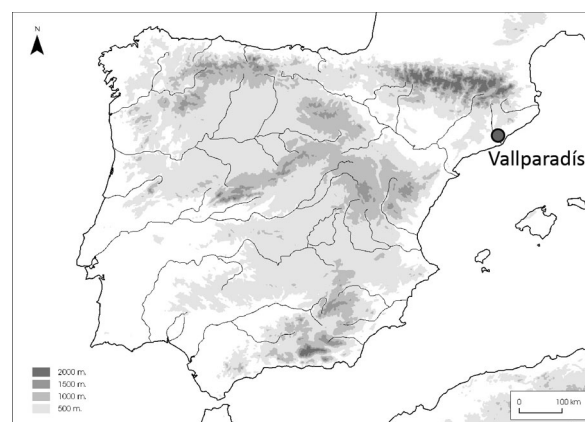


Fig. 1. Yacimiento del Pleistoceno inferior de Vallparadís (Terrassa, Barcelona): situación geográfica.

de Resonancia Paramagnética Electrónica (1) forma parte de los pocos métodos potencialmente aplicables, junto con la luminiscencia (termoluminiscencia (2), luminiscencia ópticamente estimulada (3), luminiscencia estimulada por infrarrojos (4), cuyos límites de aplicación han sido ampliados recientemente (ejemplos en Rhodes *et al.* 2006; Berger *et al.* 2008), y los métodos basados en la detección de isótopos cosmogénicos (5) (Granger y Muzikar 2001).

El método *ESR* tiene la ventaja de ser aplicable a una gran variedad de materiales (Ikeya 1993) que permiten así cubrir todos los contextos sedimentarios posibles, lo que le convierte en el método más usado en la datación de los yacimientos europeos antiguos: espeleotemas (cueva de Vallonnet, Yokoyama *et al.* 1988), granos de cuarzo sedimentario (Pont-de-Lavaud y Lunery, Voinchet *et al.* 2010; Monte Poggiolo, Peretto *et al.* 1998; Fuente Nueva-3 y Barranco León (6)) o dientes fósiles (Gran Dolina, Falguères *et al.* 1999; Orce (7); Dmanisi (8)). En el yacimen-

(1) *Electron Spin Resonance (ESR).*

(2) *Thermoluminescence (TL).*

(3) *Optically Stimulated Luminescence (OSL).*

(4) *Infrared Stimulated Luminescence (IRSL).*

(5) *Terrestrial in situ Cosmogenic Nuclides (TCN).*

(6) Duval, M. 2008: *Évaluation du potentiel de la méthode de datation par Résonance de Spin Electronique (ESR) appliquée aux gisements du Pléistocène inférieur: étude des gisements d'Orce (bassin de Guadix-Baza, Espagne) et contribution à la connaissance des premiers peuplements de l'Europe.* Tesis de doctorado no editada. Muséum National d'Histoire Naturelle. Paris.

(7) Véase nota 6.

(8) García, T. 2004: *Cadre stratigraphique, magnétostra-*

to de Vallparadís, el método *ESR* ha sido aplicado a dos tipos de materiales: dientes de équidos (datos ya publicados en Martínez *et al.* 2010) y granos de cuarzo extraídos de sedimentos fluviales.

2. EL YACIMIENTO DE VALLPARADÍS (EVT)

Entre 2005 y 2007, la construcción de una estación de ferrocarril en el centro de la ciudad de Terrassa (Fig. 1), muy cerca de donde se descubrió el yacimiento pleistoceno de Cal Guardiola (Postigo Mijarras *et al.* 2007 y referencias incluidas), sacó a la luz una secuencia de unos 20 m de potencia, compuesta por sedimentos aluviales asociados al torrente de Vallparadís. Abundantes restos arqueológicos y paleontológicos (Fig. 2) han aparecido en las unidades geológicas diferenciadas (denominadas 1 a 12, de techo a muro). La excavación se centró en el nivel arqueológico más rico (nivel 10), ubicado en la parte superior de la unidad 7. Considerado como el nivel de referencia arqueológica para Vallparadís, contenía una industria lítica arcaica abundante atribuida al Modo 1 u Olduvaiense (Lumley *et al.* 2009; Martínez *et al.* 2010). Sus características tecno-tipológicas son similares a las de los conjuntos de otros yacimientos antiguos mediterráneos, como Gran Dolina-TD6, Pont-de-Lavaud, Dmanisi o Bizat Ruhama (Martínez *et al.* 2010). Esta industria se asociaba con una fauna rica y diversa donde se identificaron 21 taxones de grandes mamíferos (Alba *et al.* 2008) y algunos de micro-mamíferos (Martínez *et al.* 2010). Además se identificó actividad humana por la presencia de marcas de corte sobre algunos restos paleontológicos (Martínez *et al.* 2010).

Desde el punto de vista de la biocronología, el estudio de la macrofauna ha permitido identificar una asociación típica del epi-Villafranchiense (Martínez *et al.* 2010). Los taxones villafranchienses (Rook y Martínez-Navarro 2010), como *Pseudodama vallonetensis*, *Equus altidens*, *Stephanorinus hundsheimensis*, *Hippopotamus antiquus*, *Canis mosbachensis*, *Panthera gombasgoensis* y *Pachyrocute brevirostris* presentes

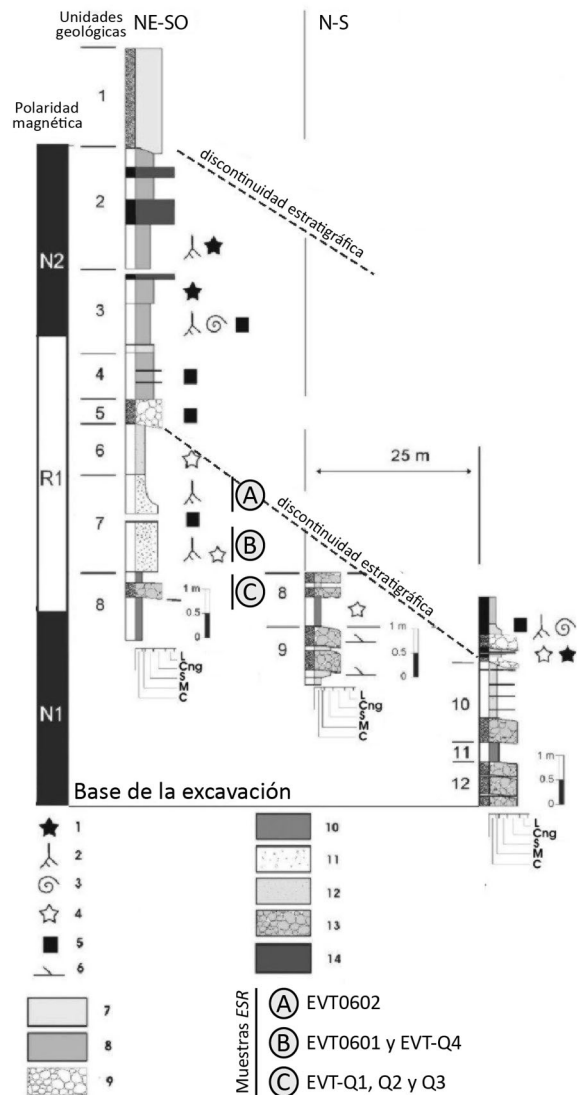


Fig. 2. Yacimiento de Vallparadís (Terrassa, Barcelona): Estratigrafía sintética (Martínez *et al.* 2010) y posición de las muestras *ESR* (dientes: EVT0601 y EVT0602; cuarzo: EVT-Q1, EVT-Q2, EVT-Q3 y EVT-Q4). EVT: acrónimo del yacimiento. Símbolos: 1) material orgánico y restos de madera fósil, 2) trazas de raíces, 3) restos de gasterópodos, 4) restos de CaCO₃, 5) niveles con industria lítica, 6) laminaciones entrecruzadas, 7) terraza del Pleistoceno superior, 8) arcillas y lodos con gasterópodos, 9) unidad 5, 10) arcillas rojas y lodos, 11) unidad 7, 12) arcillas marrones y lodos, 13) conglomerados, 14) paleo-suelo. (L = Calizas, Cng = Conglomerado, S = Arena, M = Lodo, C = Arcilla).

también en los yacimientos españoles de Orce (Martínez-Navarro *et al.* 2003), Sima del Elefante (Carbonell *et al.* 2008) y Gran Dolina (Rodríguez *et al.* 2001) se mezclan con otros más

tigraphique et géochronologique des hominidés fossiles du site de Dmanissi en Géorgie. Tesis de doctorado no editada. Muséum National d'Histoire Naturelle. Paris.

característicos del Galerense, tales como *Elephas Antiquus* y *Ursus deningeri* (Palombo y Ferretti 2005; Palombo *et al.* 2008).

El estudio de la microfauna de la unidad 7, ha identificado la asociación *Mimomys savini* - *Iberomys huescarensis* generalmente considerada como un buen marcador cronológico (Agustí *et al.* 2007). Dicha asociación permite posicionar Vallparadís en la misma biozona que los yacimientos de Huéscar-1 (España, Alberdi *et al.* 2001), le Vallonnet (Francia), Untermaßfeld (Alemania, Kahlke *et al.* 2005), o Sima del Elefante, es decir, en una biozona más antigua que la de Atapuerca Gran Dolina-TD6 (Agustí y Madurell 2003; Agustí *et al.* 2007).

El estudio paleomagnético de toda la secuencia ha revelado tres magnetozonas principales (Fig. 2) de muro a techo (Martínez *et al.* 2010): la primera tiene polaridad normal (N1, situado en la parte inferior de la unidad 8), la segunda inversa (R1, unidades 8 a 3) y la tercera polaridad normal (N2, de la unidad 3 hasta el techo). El nivel arqueológico 10 ubicado en la unidad 7 está posicionado en la magnetozona R1, indicando entonces una edad anterior al límite Brunhes-Matuyama (0,78 Ma).

3. EL MÉTODO DE DATACIÓN POR ESR

La datación por ESR forma parte del grupo de métodos paleodosimétricos con los basados en los fenómenos de la luminiscencia (*TL*, *OSL*...). A diferencia de los métodos radiométricos (potasio-argón, uranio-torio (*U-Th*) (9), radiocarbono...) que evalúan directamente la radiactividad natural, los métodos paleodosimétricos detectan los efectos de dicha radiactividad sobre las muestras geológicas o arqueológicas. En este caso, se mide la energía absorbida por la muestra (dosis total) en función de la cantidad de radiación a la que ha sido sometida durante su historia. Dicha dosis procede de las radiaciones alfa, beta y gamma emitidas por los radionucléidos presentes en la propia muestra (componente interno) y en su entorno más cercano (componente externo), a los cuales se añade un componente procedente de la radiación cósmica. Estas radiaciones ionizantes inducen movimientos en la estructura electrónica de los minerales y algunas cargas eléctricas pue-

den ser atrapadas dentro de los defectos puntuales de la estructura cristalina, formando una entidad llamada “centro paramagnético”. Esta entidad genera una señal detectable por espectrometría ESR cuya intensidad es proporcional a la cantidad de cargas atrapadas en la celda cristalina. El método de datación por ESR se basa en la cuantificación de estas cargas atrapadas, cuya cantidad está directamente relacionada con la dosis de radiación absorbida por la muestra y depende tanto de la intensidad de la radiación (tasa de dosis) como de la duración de la exposición a la radiactividad (Grün 1989; Ikeya 1993; Rink 1997).

En la datación por ESR, la muestra es considerada como un dosímetro, es decir, un material capaz de registrar y restituir la dosis absorbida procedente de las diferentes radiaciones ionizantes a las que ha sido sometido. La edad ESR se calcula a partir de la siguiente ecuación:

$$D_E = \int_0^T D(t) dt$$

donde D_E es la dosis equivalente (expresada en Gray, Gy), $D(t)$ es la tasa de dosis ($\mu\text{Gy/a}$ o Gy/ka) y T es la edad de la muestra. En el caso de una tasa de dosis constante en el tiempo, la ecuación se puede simplificar de la siguiente manera:

$$T = \frac{D_E}{D}$$

En las secciones 3.1 y 3.2 se detallarán las características particulares de la datación de dientes fósiles y granos de cuarzo.

3.1. Aplicación a los dientes fósiles: el método combinando ESR y U-Th

La principal dificultad de la datación de un diente fósil por ESR es la complejidad del sistema en sí mismo, ya que hay que considerar los diferentes tejidos dentales que lo constituyen (esmalte, dentina y, a veces, cemento, Hillson 2005). En el caso de una geometría, dentina –esmalte– cemento, la ecuación es la siguiente:

$$D_E = \int_0^T [D_{\text{esmalte}}(t) + D_{\text{dentina}}(t) + D_{\text{cemento}}(t) + D_{\text{se dim ento}}(t) + D_{\text{cósmico}}(t)] dt$$

(9) Uranium-series (US).

La dosis interna corresponde a la producida dentro del esmalte y la dosis externa a los componentes asociados a los otros tejidos dentales (dentina y cemento), el sedimento y los rayos cósmicos. La particularidad de la datación de dientes fósiles reside en estos componentes ligados a los tejidos dentales, puesto que éstos difieren a nivel de mineralización, de composición química (Driessens 1980; Hillson 2005) y de sensibilidad a los procesos diagenéticos (Piepenbrink 1989; Kohn *et al.* 1999; Dauphin y Williams 2004), en particular al proceso de incorporación de uranio. Los tejidos dentales funcionan como sistemas abiertos frente a los elementos de la serie radiactiva de desintegración del ^{238}U , lo que significa que el contenido en uranio del tejido dental varía con el tiempo. Por tanto, es indispensable tener en cuenta este parámetro en la determinación de la dosis anual. Para describir su evolución, Grün *et al.* (1988) sugieren la combinación de los métodos *ESR* y *U-Th* (*ESR-US*). Este enfoque se basa en la modelización matemática de la cinética de incorporación del uranio en los tejidos dentales, descrita a través de un parámetro específico p . Este modelo llamado *US* (*U-series*) utiliza la siguiente ecuación:

$$U(t) = U_m \left[\frac{t}{T} \right]^{p+1}$$

donde U_m es la concentración de uranio medida hoy, T la edad de la muestra y $U(t)$ la concentración de uranio en el tiempo t . El parámetro p es siempre superior a -1 (Fig. 3). Básicamente, se utilizan las medidas de los isótopos de la serie del uranio para relacionar p y las edades *U-Th* para cada tejido dental. Estas relaciones y el resto de parámetros de tasa de dosis determinan la evolución de la dosis total en función de la edad. La proyección de la D_E medida sobre esta función da una edad *ESR-US* combinada y dicha edad permite obtener el valor de p para cada tejido (Grün *et al.* 1988; Grün 2007).

Antes de la aplicación del modelo *US*, los modelos convencionales normalmente utilizados para calcular una edad *ESR* consideraban un tipo predeterminado de incorporación. El modelo de “incorporación temprana” (*Early Uptake*, *EU*) se basa en la idea de una rápida acumulación de uranio en la muestra poco después de su enterramiento, en una aproximación de sistema cerrado

(Szabo 1979). En el modelo de “incorporación lineal” (*Linear Uptake*, *LU*), sin embargo, ésta es una incorporación constante en el tiempo (Ikeya 1982). Finalmente, el modelo de “incorporación reciente” (*Recent Uptake*, *RU*), supone una incorporación tardía de dicho elemento (Blackwell 1992). Clásicamente, se asumía que uno de estos modelos podía corresponder a las muestras de un yacimiento dado o bien que la edad verdadera estaba entre las edades *ESR-EU* y *ESR-LU* (Grün y Stringer 1991). Sin embargo, esto no es satisfactorio, porque estos modelos inducen incertidumbres largas si la concentración de uranio en los tejidos dentales es alta. En otras palabras, cuanto más alta es la concentración de uranio, mayor es la diferencia entre las edades *ESR-EU*, *ESR-LU* y *ESR-RU* (Grün y McDermott 1994). Además, como ha indicado Grün (2009a), muchas veces la mejor estimación de edad está fuera del rango *EU-LU*, especialmente para las muestras procedentes de yacimientos al aire libre. El modelo *US* permite entonces solucionar este problema de incorporación desconocida. Los resultados obtenidos en Gran Dolina por Falguères *et al.* (1999) muestran que este método *ESR-US* combinado puede ser aplicado de modo rutinario hasta los 800 ka. Falguères *et al.* (2010) concluyen que dicho método es especialmente adecuado para muestras del Pleistoceno medio.

El modelo *US* tiene varias ventajas con respecto a los modelos convencionales. En primer lugar, la determinación del factor p permite carac-

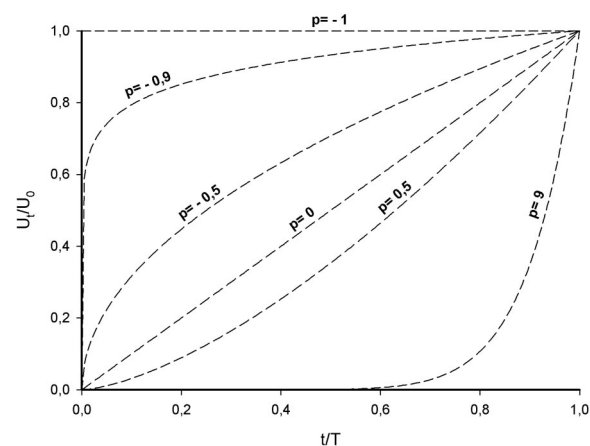


Fig. 3. Forma de incorporación del uranio en función del valor del parámetro p seleccionado (Grün *et al.* 1988). Casos especiales: $p = -1$ para el modelo *Early Uptake* (*EU*), $p = 0$ para el modelo *Linear Uptake* (*LU*) y $p = 1$ ó 10 para el *Recent Uptake* (*RU*).

terizar la cinética de incorporación del uranio dentro de los tejidos dentales: incorporación temprana si $-1 < p < 0$ o incorporación tardía si $p > 0$ (Fig. 3). Además los modelos convencionales pasan a ser casos especiales del modelo *US*, correspondientes a valores precisos de p ($p = -1$ para el modelo *EU*, $p = 0$ para el modelo *LU* y $p = 1$ ó 10 para el modelo *RU*). El método *ESR-US* combinado también permite determinar diferentes incorporaciones para los distintos tejidos de un mismo diente, mediante el cálculo de un p específico para cada uno (Grün, 2009a). Por último, el modelo *US* no asume *a priori* la forma de incorporación del uranio, sino que determina matemáticamente a partir de los datos isotópicos medidos en los tejidos dentales (concentración en uranio, $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$, $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$). La consecuencia es que sólo existe una posible edad *ESR-US* combinada para un conjunto de datos medidos (datos isotópicos de los tejidos y del sedimento, D_E calculada, contenido de agua...), siempre, y cuando sea posible calcular la edad.

3.2. Aplicación a los granos de cuarzo extraídos de sedimentos

La datación está basada en el mismo principio que la *OSL*: la puesta a cero de la señal paleodosimétrica bajo la influencia de la luz solar, fenómeno conocido como blanqueo óptico. A partir del momento en el que el cuarzo es enterrado y pierde el contacto con la luz solar, la señal *ESR* aumenta como consecuencia de la radiactividad natural (detalles en Voinchet *et al.* 2004). El evento datado es, por tanto, el entierro de la muestra.

El cuarzo posee varios centros paramagnéticos potencialmente útiles con fines geocronológicos (Marfunin 1979; Weil 1984; Ikeya 1993): centro Germanio (Ge), centro Titanio (Ti), centro Alu-

minio (Al), centro E', centro OHC... cuyas características propias (en términos de sensibilidad a la radiación, estabilidad térmica, cinética de blanqueo...) los hacen más o menos atractivos en función del contexto geológico y del periodo de tiempo que se quiere datar (Ikeya 1993).

El centro Al es probablemente el más utilizado en geocronología y tiene dos principales ventajas. Primero, como el aluminio es el elemento traza más abundante en el cuarzo (su concentración puede ser de varios miles de ppm, ver ejemplos en Preusser *et al.* 2009), la señal *ESR* del centro Al se observa siempre, algo que no ocurre con las asociadas a otros centros (Yokoyama *et al.* 1985; Dutine *et al.* 2002). Además, siendo mucho menos radio-sensible que el centro Ti por ejemplo, el centro Al no muestra saturación a dosis de irradiación muy altas (>60 kGy, véase Lin *et al.* 2006). Con una duración de vida promedia estimada a $7,4 \cdot 10^9$ años (Toyoda y Ikeya 1991) este centro puede, potencialmente, ser utilizado para datar periodos muy antiguos, anteriores al inicio del Cuaternario (un ejemplo en Laurent *et al.* 1998).

4. MUESTREO ESR

En 2006, dos dientes de équidos fueron seleccionados entre los ejemplares de las colecciones del yacimiento (Tab. 1). La primera muestra (EVT0601) procede del cuadro U-30 (Fig. 4) y se localiza estratigráficamente en el nivel arqueológico 10 de la unidad 7 (Fig. 2). La segunda muestra (EVT0602) fue recogida en el cuadro P-26 y también se localiza en la unidad 7, pero en el contacto entre los niveles arqueológicos 9 y 10. Se colocaron dos dosímetros *TL* en la secuencia estratigráfica, manteniéndose durante 10 meses. El primero fue situado en la posición exacta en la que se encontró el diente EVT0601 (sección del cuadro P-26). El segundo fue insta-

Muestra	Tipo	Referencia excavación	Cuadrícula	N.º	Profundidad (cm)	Unidad geológica (nivel arqueológico)
EVT0601	<i>Equus</i> sp.	EVT503	U-30	—	424	7 (10)
EVT0602	<i>Equus</i> sp.	EVT2755	P-26	43	383	7 (9/10)

Tab. 1. Yacimiento de Vallparadís (Terrassa, Barcelona): inventario de los dientes datados por el método *ESR-US* combinado.

T. P., 68, N.º 1, enero-junio 2011, pp. 7-24, ISSN: 0082-5638
doi: 10.3989/tp.2011.11056

lado en el contacto entre los niveles 9 y 10 correspondiente a la localización estratigráfica del diente EVT0602.

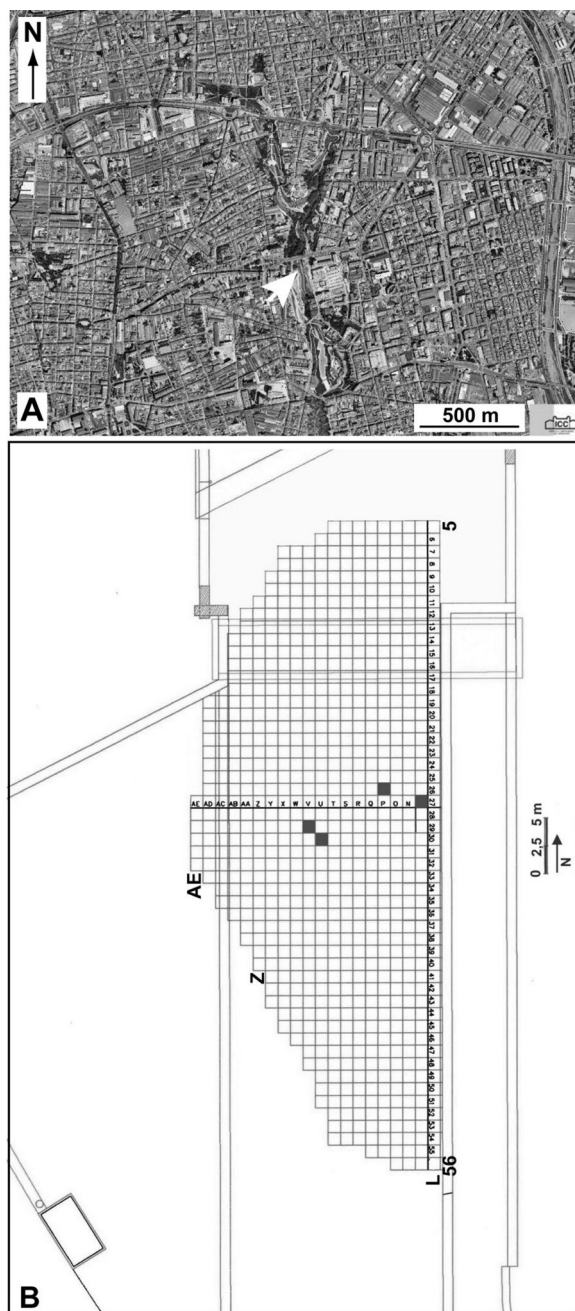


Fig. 4. A: Localización de la zona de excavación (flecha blanca) dentro del parque de Vallparadís y de la ciudad de Terrassa. B: Localización espacial de las muestras ESR (cuadrículas llenas) al interior de la zona de excavación (altitud 275 m.s.n.m.). Muestra (cuadrícula): EVT0601 (U-30), EVT0602 (P-26), EVT-Q1 (V-29), EVT-Q2 (V-29), EVT-Q3 (V-29), EVT-Q4 (M-27).

Además, se tomaron *in situ* 4 muestras de sedimentos (EVT-Q1 a Q4) para datar los granos de cuarzo. Las muestras EVT-Q1 a Q3 proceden de la sección del cuadro V-29 y se localizan en la unidad geológica 8 (Fig. 2), en los niveles inferiores al nivel arqueológico 10. La muestra Q4 fue recogida en el cuadro M-27 (Fig. 4), en una capa de depósitos groseros de la base del nivel arqueológico 10 (unidad 7). No se hizo ninguna dosimetría gama *in situ* para estas muestras. Sin embargo, con el objetivo de considerar la posible heterogeneidad del ambiente sedimentario en términos de radiactividad, se tomaron varias muestras de sedimento alrededor de los puntos de muestreo destinados a la datación.

5. PROTOCOLO ANALÍTICO

5.1. Datación de dientes fósiles

Los diferentes tejidos (cemento, esmalte y dentina) fueron extraídos de la cara vestibular de cada diente y separados mecánicamente. Los análisis isotópicos fueron realizados por espectrometría alfa (Bischoff *et al.* 1988), y por espectrometría gamma (Yokoyama y Nguyen 1980) para obtener datos de los elementos de las series del uranio. Dichos datos se encuentran en la tabla 2.

Una parte del esmalte fue molida y tamizada, una vez que las superficies interna y externa fueron exhaustivamente limpiadas para eliminar el efecto de la radiación alfa exterior. A continuación, se recuperó la fracción granulométrica de 100-200 μm , que se dividió en varias alícuotas. Dichas alícuotas fueron irradiadas en el *Laboratoire National Henri Becquerel* (LNE-LNHB, Francia) con una fuente gamma calibrada de ^{60}Co , utilizando 15 dosis de irradiación con una distribución exponencial (Grün y Rhodes 1991): 0, 100, 160, 250, 400, 630, 1000, 1600, 2200, 3600, 5600, 8900, 12600, 16000 y 20000 Gy.

Las medidas ESR fueron realizadas en el *Muséum National d'Histoire Naturelle* (Francia) con un espectrómetro EMX Bruker (banda X) a temperatura ambiente, con los parámetros de adquisición indicados en la tabla 3. Cada conjunto de alícuotas fue medido 3 veces, con varios días de diferencia entre cada medida, para comprobar la reproducibilidad de los datos. A continuación, se midió la intensidad ESR correspondiente a la

Muestra	T.	U (ppm)	²³⁴ U/ ²³⁸ U	²³⁰ Th/ ²³⁴ U	²²² Rn/ ²³⁰ Th	E. esm.* (µm)	E. elim.** (µm)
EVT0601	C	27,400 ± 0,082	2,102 ± 0,050	1,084 ± 0,036	0,21 ± 0,05	1440 ± 180	(2) 80 ± 10
	D	105,95 ± 1,980	2,030 ± 0,026	0,991 ± 0,023	0,44 ± 0,10		(1) 90 ± 11
	E	2,350 ± 0,070	1,801 ± 0,039	0,997 ± 0,032	1,00 ± 0,05		
EVT0602	C	36,220 ± 0,850	2,100 ± 0,035	1,191 ± 0,035	0,18 ± 0,05	1510 ± 189	(2) 40 ± 5
	D	90,850 ± 1,750	2,100 ± 0,027	1,115 ± 0,029	0,30 ± 0,10		(1) 60 ± 8
	E	4,150 ± 0,120	1,752 ± 0,034	1,051 ± 0,036	0,83 ± 0,08		

Tab. 2. Yacimiento de Vallparadís (Terrassa, Barcelona): datos isotópicos medidos en los dientes de équidos (Martínez *et al.* 2010). Los errores estadísticos asociados son de 1 σ. T.: tejido dental, C: cemento, D: dentina y E: esmalte. (*) espesor (E.) inicial del esmalte (esm.); (**) espesor de esmalte suprimido para el cálculo de la edad *ESR-US*, (1): parte interna del esmalte eliminada (elim.) (lado de la dentina); (2): parte externa del esmalte eliminada (lado del cemento).

Parámetros	Esmalte	Cuarzo
Campo magnético		
Anchura de barrido	12 mT	9 mT
Tiempo de barrido	21 s	42 s
Resolución	1024 puntos	1024 puntos
Micro-onda		
Frecuencia	9,8-9,9 GHz	
Potencia	1 mW	5 mW
Señal		
Frecuencia de modulación	100 kHz	100 kHz
Amplitud de modulación	0,1 mT	0,1 mT
Tiempo de conversión	20 ms	40 ms
Constante de tiempo	5 ms	40 ms
Número de barridos	1	1

Tab. 3. Parámetros de adquisición de las medidas por Resonancia Paramagnética Electrónica (*ESR*) utilizados para las muestras de esmalte y de cuarzo del yacimiento de Vallparadís (Terrassa, Barcelona).

amplitud entre los picos T1 y B2 de la señal *ESR* del esmalte (Fig. 5) (Grün 2000). Las dosis equivalentes (D_E) y errores asociados fueron calculados con un programa GW-Basic no-comercial (Yokoyama *et al.* 1985), ajustando una función exponencial de saturación sencilla (10) a través de los puntos experimentales. No se consideró ninguna ponderación de los puntos experimentales durante el ajuste, pero se restringió la exactitud sobre la D_E con la alícuota natural. La figura 6 muestra las curvas de crecimiento *ESR* obtenidas.

Las edades *ESR-US* combinadas fueron calculadas con el programa DATA (Grün 2009b), utili-

zando la misma geometría de muestra para los dos dientes: dentina/esmalte/cemento. Se utilizó una eficacia alfa de $0,13 \pm 0,02$ (Grün y Katzenberger-Apel 1994) y factores de atenuación beta

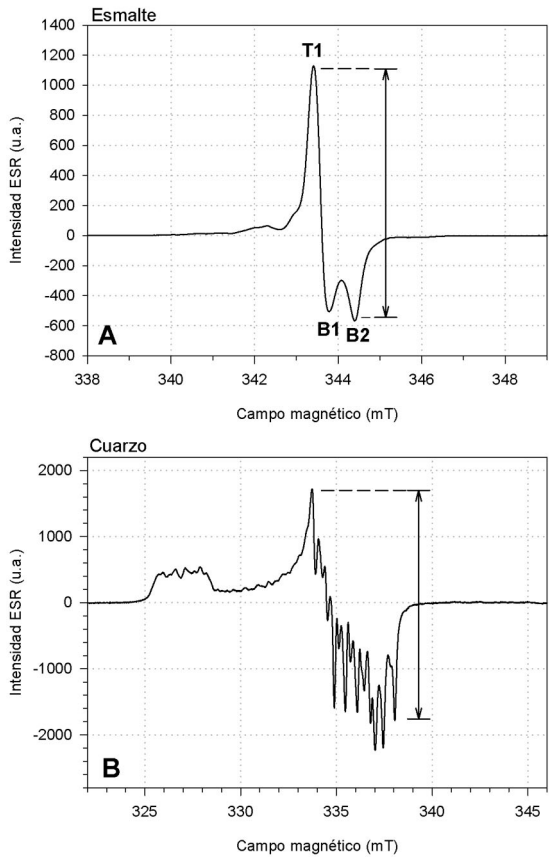


Fig. 5. Ejemplos de señales *ESR*. A: de esmalte dental. Se extrae la intensidad *ESR* de las amplitudes entre los picos T1 y B2. B: del centro Al presente en el cuarzo. Se mide la intensidad *ESR* de la señal Al entre el techo del primer pico y la base del último.

(10) *Single Saturating Exponential (SSE)*.
T. P., 68, N.º 1, enero-junio 2011, pp. 7-24, ISSN: 0082-5638
doi: 10.3989/tp.2011.11056

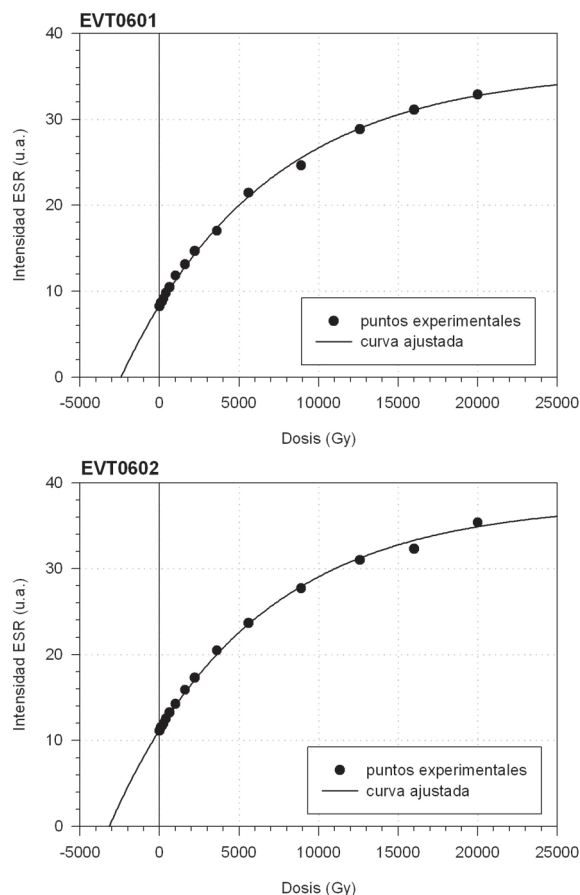


Fig. 6. Curva de crecimiento *ESR* de los dientes de équidos EVT0601 y EVT0602 para los cuales se ajustó una función de tipo exponencial (*SSE*).

por Monte-Carlo (11) basados en el espesor del esmalte dental y de las capas externas eliminadas. Se estimó el contenido en agua a 3 ± 1 % en el esmalte, a 5 ± 3 % en la dentina y el cemento y a 15 ± 5 % en el sedimento, este último basado en la diferencia de peso antes y después de una estancia de un par de semanas en la estufa. El efecto de las pérdidas de Ra y Rn en cada tejido fue determinado por combinación de datos de espectrometría alfa y gama (Bahain *et al.* 1992). Se usó la espectrometría de rayos gamma para determinar el contenido en radioelementos (U, Th y K) del sedimento tomado *in situ*. Los factores de Adamiec y Aitken (1998) fueron utilizados para las con-

(11) Marsh, R. 1999: *Beta-gradient isochrons using electron paramagnetic resonance: towards a new dating method in archaeology*. Tesis de doctorado no editada. McMaster University, Hamilton, Ont., Canada.

versiones en tasa de dosis. Se midieron las tasas de dosis gamma *in situ* con dosímetros TL ($\text{CaSO}_4 \cdot \text{Dy}$). El componente cósmico fue calculado con los datos de Prescott y Hutton (1988, 1994). El error asociado a la edad corresponde a la suma cuadrática de los errores asociados a la tasa de dosis y D_E . Todos los datos vinculados con el cálculo de edades *ESR-US* se encuentran en la tabla 4.

5.2. Datación de granos de cuarzo

Las muestras de sedimento fueron preparadas según el protocolo descrito en Voinchet *et al.* (2007). Primero fueron tamizadas para recuperar la fracción granulométrica de 100-200 μm para luego ser sometidas a un múltiple ataque químico: HCl 6N para disolver los carbonatos, H_2O_2 para quitar la materia orgánica y HF (40 %) durante 30 minutos para eliminar los feldespatos y la superficie exterior de los granos de cuarzo. Para finalizar, se separaron minerales pesados y ligeros con bromoformo.

Cada muestra fue dividida en diferentes alícuotas que, posteriormente, serían irradiadas con una fuente de rayos gamma panorámica de ^{60}Co en el *Commissariat à l'Energie Atomique* (Saclay, Francia) (Dolo *et al.* 1996). Las dosis solici-

Muestra		EVT0601	EVT0602
Profundidad (m)		9 ± 2	9 ± 2
$\alpha + \beta$ interno ($\mu\text{Gy/a}$)		1045 ± 56	$2935 \pm 370^*$
β dentina ($\mu\text{Gy/a}$)		676 ± 97	$1313 \pm 130^*$
β cemento ($\mu\text{Gy/a}$)		182 ± 26	$554 \pm 55^*$
γ sedimentos + cósmico ($\mu\text{Gy/a}$)		1041 ± 56	1042 ± 55
Tasa de dosis total ($\mu\text{Gy/a}$)		2944 ± 244	$5844 \pm 400^*$
D_E (Gy)		2432 ± 65	3151 ± 69
Factor p	esmalte	-0,54	-1
	dentina	-0,47	-1
	cemento	-0,61	-1
Edad <i>ESR-US</i> (Ma)		$0,83 \pm 0,07$	$0,54 \pm 0,04^{(1)}$

Tab. 4. Yacimiento de Vallparadís (Terrassa, Barcelona): edades *ESR-US* combinadas y datos asociados obtenidos para los dientes fósiles (adaptado de Martínez *et al.* 2010). (*): valores calculados considerando un modelo de incorporación *Early Uptake* (*EU*) para todos los tejidos dentales ($p = -1$) (1). La edad de EVT0602 corresponde a una edad *ESR-EU*, calculada mediante el programa DATA de Grün (2009b).

Muestra	C_B (%)	EXP+LIN			SSE		
		D_E (Gy)	X^2	R^2	D_E (Gy)	X^2	R^2
EVT-Q1	60	1894 ± 201	0,00049	0,99783	2697 ± 319	0,00240	0,98795
EVT-Q2	59	2044 ± 418	0,00244	0,98772	2175 ± 312	0,00350	0,98054
EVT-Q3	56	2132 ± 701	0,00256	0,98516	3856 ± 633	0,00351	0,97671
EVT-Q4	57	1286 ± 365	0,00314	0,98493	2818 ± 517	0,00546	0,97007

Tab. 5. Yacimiento de Vallparadís (Terrassa, Barcelona): datos *ESR* asociados con el ajuste de las funciones exponencial + lineal (*EXP+LIN*) y exponencial (*SSE*) a los puntos experimentales de las muestras de cuarzo EVT-Q1 a Q4. C_B = componente blanqueada; X^2 = chi cuadrado; R^2 = coeficiente de determinación.

tadas fueron las siguientes (tasa de dosis de 2000 Gy/h): 400, 630, 1000, 1600, 2500, 4000, 6300, 10000, 16000 y 25000 Gy. Durante la irradiación se colocaron diferentes dosímetros de alanina entre las muestras con el objetivo de controlar la dosis de irradiación realmente recibida por cada muestra (12). Mientras tanto, la componente residual (no-blanqueable) de la señal *ESR* asociada al centro Al (*ESR-Al*) fue determinada tras la exposición de una alícuota natural de cada muestra a la luz de un simulador de tipo SOL2 (Hönle) durante 1500 h. El componente blanqueado (expresado en %) corresponde a la diferencia relativa entre la intensidad *ESR* del punto natural y la del residual.

Las medidas *ESR* fueron realizadas en el *Muséum National d'Histoire Naturelle* (Francia) a baja temperatura (alrededor de 110 K), con los parámetros de adquisición indicados en la tabla 3. Se midió cada alícuota cada 120° de rotación en la cavidad y cada serie, a su vez, entre 2 y 4 veces. La intensidad de la señal *ESR-Al* es determinada midiendo la amplitud entre la parte superior del primer pico ($g = 2,0185$) y la parte inferior del decimosexto pico ($g = 1,9928$) (Toyoda y Falguères 2003) (Fig. 5). Los valores de D_E y los errores asociados fueron calculados con el programa *Microcal Origin* utilizando el algoritmo de Levenberg-Marquardt por minimización de chi-cuadrado. Los datos fueron ponderados por $1/I^2$. El valor de D_E fue calculado utilizando dos funciones ajustadas a través de los puntos experimentales hasta el nivel residual: una función *SSE* y otra función compuesta por la combinación de un término exponencial de saturación sencilla y de un término lineal (*EXP+LIN*; más detalles sobre esta función en Berger 1990; Duval *et al.* 2009). Las curvas de crecimiento *ESR* de cada muestra están

presentadas en la figura 7. La tabla 5 muestra algunos datos numéricos relacionados con estos procesos de ajuste.

Las componentes alfa, beta y gamma de la tasa de dosis total (D') y sus incertidumbres se calculan mediante las concentraciones en ^{238}U , ^{222}Rn , ^{232}Th y ^{40}K del sedimento determinadas por espectrometría gamma (Yokoyama y Van Nguyen 1980). Se utilizaron los factores de conversión en dosis de Adamiec y Aitken (1998). La tasa de dosis interna se considera insignificante, debido a la reducida concentración de radionucléidos que se ha registrado normalmente en los granos de cuarzo (Murray y Roberts 1997; Vandenberghe *et al.* 2008). Se midió el desequilibrio en la cadena de desintegración del ^{238}U a través de la actividad del ^{222}Rn . En este trabajo, se ha utilizado una eficiencia alfa de $0,2 \pm 0,1$ (Yokoyama *et al.* 1985), los valores de atenuación alfa y beta para granos esféricos de Brennan *et al.* (1991) y Brennan (2003) y la atenuación del agua según Aitken (1985). Se ha considerado un contenido de humedad del $15 \pm 5 \%$ para todas las muestras después de haber medido sus respectivos pesos, antes y después, de haberlas introducido durante 3 semanas en una estufa. La tasa de dosis cósmica se calcula mediante la fórmula de Prescott y Hutton (1994), aplicando las correcciones correspondientes a la profundidad, altitud y latitud, con un error asociado de 5 % (Prescott y Hutton 1988). Se ha considerado una profundidad de 11 ± 2 m para las muestras Q1 a Q3 y de 9 ± 2 m para la muestra Q4. Las componentes beta y gamma fueron calculadas a partir del contenido medio en radionucléidos de cada muestra en sí misma y de las diferentes muestras de sedimento que se tomaron a su alrededor. Los errores asociados a las dosis corresponden a 1σ , aunque sea una combinación de incertidumbres medida y asumida. Por último, se calculó una

(12) Véase nota 6.

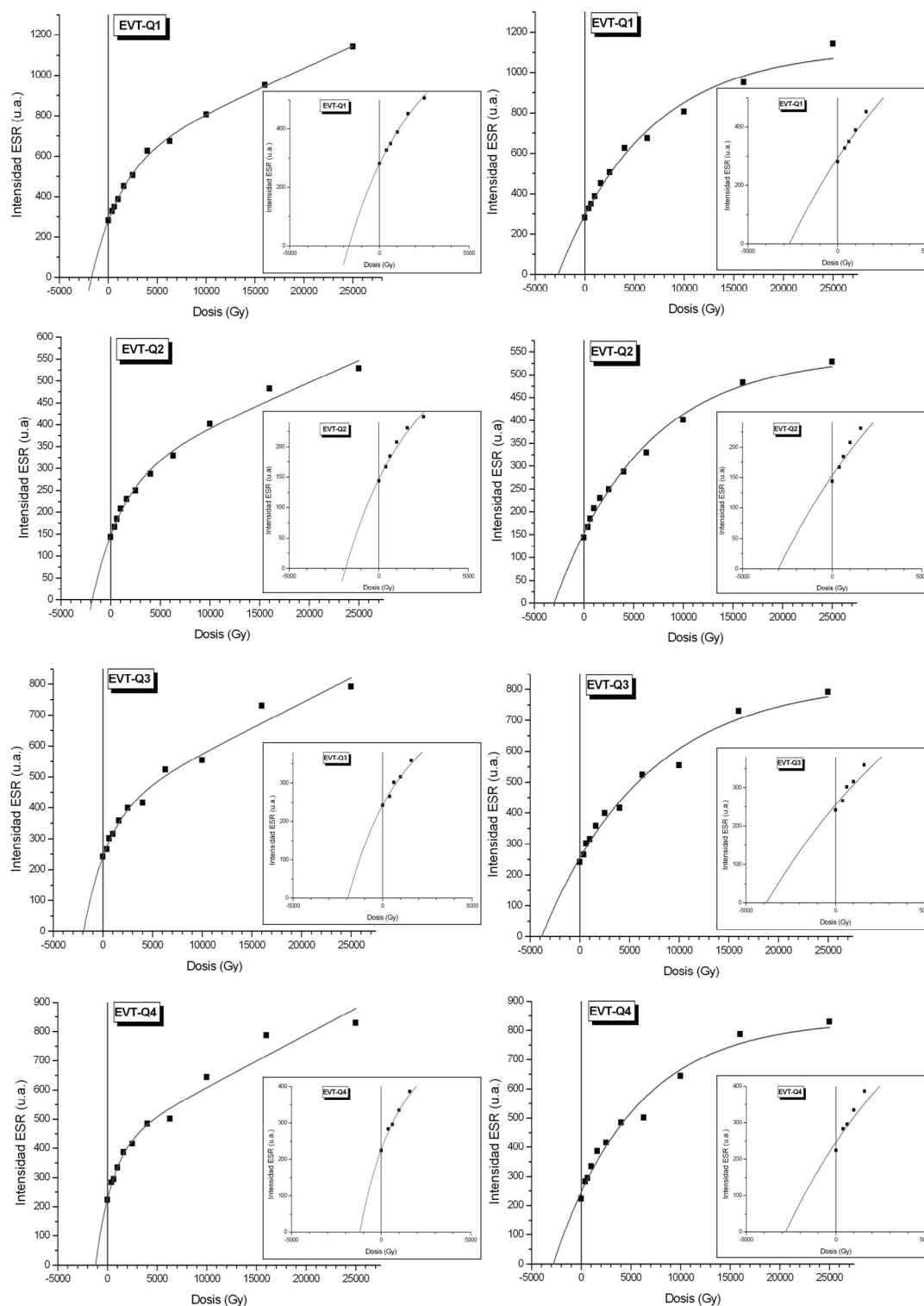


Fig. 7. Curvas de crecimiento *ESR* obtenidas para las muestras de cuarzo EVT-Q1 a Q4 con el ajuste de dos tipos de funciones: exponencial + lineal (*EXP+LIN*, columna izquierda) y exponencial (*SSE*, columna derecha). Encuadrados: ampliación sobre los puntos experimentales correspondiendo a las dosis de irradiación débiles.

Muestra	EVT-Q1	EVT-Q2	EVT-Q3	EVT-Q4
Unidad (nivel)	8 (12)	8 (12)	8 (12)	7 (10)
<i>U</i> (ppm)	1,74 ± 0,09	2,04 ± 0,09	1,77 ± 0,11	1,21 ± 0,13
<i>Th</i> (ppm)	7,82 ± 0,14	8,52 ± 0,14	8,74 ± 0,18	4,23 ± 0,19
<i>K</i> (%)	1,99 ± 0,02	1,99 ± 0,02	2,08 ± 0,02	1,09 ± 0,02
Profundidad (m)	11 ± 2	11 ± 2	11 ± 2	9 ± 2
<i>D</i> _α (μGy/a)	51	57	57	31
<i>D</i> _β (μGy/a)	1488	1530	1573	845
<i>D</i> _γ (μGy/a)	881	984	899	619
<i>D</i> _{cos} (μGy/a)	47	47	47	59
<i>D</i> ' (μGy/a)	2468 ± 108	2619 ± 104	2576 ± 96	1554 ± 92
<i>D_E</i> (Gy)	1894 ± 201	2044 ± 418	2132 ± 701	1286 ± 365
Edad (Ma)	0,77 ± 0,23	0,78 ± 0,16	0,83 ± 0,27	0,83 ± 0,24

Tab. 6. Yacimiento de Vallparadís (Terrassa, Barcelona): datos radiométricos, dosimétricos y cronológicos asociados a las muestras de cuarzo datadas por Resonancia Paramagnética Electrónica (*ESR*). Los diferentes componentes de la dosis total *D*' son presentados: alfa (*D*_α), beta (*D*_β), gamma (*D*_γ) y cósmico (*D*_{cos}).

edad *ESR* dividiendo *D_E* por *D*'. La tabla 6 presenta los datos radiométricos, dosimétricos y cronológicos.

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Las curvas de crecimiento *ESR* de los 2 dientes se ajustan bastante bien a los puntos experimentales (Fig. 6). Las *D_E* son bastante altas, con 2432 ± 65 Gy para EVT0601 y 3151 ± 69 Gy para EVT0602 (Tab. 4), valores que son más de 2 veces superiores a los obtenidos para las muestras de Gran Dolina-TD6 (Falguères *et al.* 1999) y Sima del Elefante-TE9 (Duval *et al.* 2009), yacimientos biocronológicamente cercanos al de Vallparadís.

Para un período tan antiguo (>700 ka), el parámetro más problemático a tener en cuenta es la descripción de la incorporación del uranio dentro de los tejidos dentales (13), por su directa relación con los datos isotópicos medidos. Las edades *U-Th* calculadas mediante el programa Isoplot 3.00 (Ludwig 2003) varían entre 226 y 293 ka para el diente EVT0601 y entre 288 y 477 ka para EVT0602 (Fig. 8). Estos resultados demuestran así la ausencia aparente de lixiviación de uranio de estos tejidos y sugieren la aplicación normal del modelo *US* para ambos casos. Sin embargo, como indica Grün (2009b), el programa DATA presenta ciertas limitaciones cuando la re-

lación isotópica ²³⁰Th/²³⁴U es superior a 1,05. Habitualmente un valor tan alto indica un fenómeno de lixiviación del uranio, lo que impide la aplicación del modelo *US* de Grün *et al.* (1988), pero en el caso de muestras antiguas (>250 ka) tal valor se puede situar por debajo del equilibrio secular si la razón isotópica ²³⁴U/²³⁸U asociada es muy superior a 1 (detalles en Ku 1976). Es claramente lo que ocurre para EVT0602. Se obtuvieron valores de ²³⁰Th/²³⁴U en la dentina y el cemento muy superiores a 1 (1,115 y 1,191, respectivamente, Tab. 2). Ello impide el cálculo de edad *ESR-US* combinada con el programa DATA aunque, como se ha señalado, no muestran lixiviación aparente

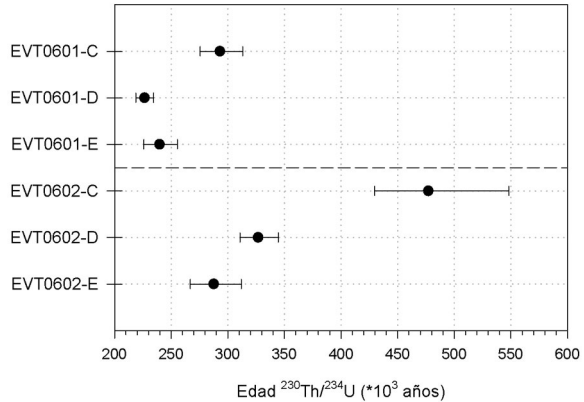


Fig. 8. Edades *U-Th* calculadas mediante el programa Isoplot 3.00 (Ludwig 2003) para todos los tejidos de los dientes de équidos EVT0601 y EVT0602. (C): cemento, (D): dentina, (E): esmalte.

(13) Véase nota 6.

debido al elevado valor de $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ (1,75-2,1). Por lo tanto, sólo se puede calcular una edad combinada para la muestra EVT0601 con un resultado de $0,83 \pm 0,07$ Ma. Para la muestra EVT0602 se ha calculado una edad *ESR-EU* (es decir, considerando un sistema cerrado para todos los tejidos dentales), con un resultado de $0,54 \pm 0,04$ Ma (Tab. 4). Este valor debe considerarse como una edad mínima ya que corresponde a las dosis máximas que se pueden modelizar para los tres tejidos dentales (Fig. 3).

Las 4 muestras de cuarzo datadas por *ESR* presentan tasas de blanqueo parecidas (entre 56 y 60 %) (Tab. 5), lo que probablemente indica condiciones similares de depósito y blanqueo. La elección de la función de ajuste es crucial para el cálculo de la dosis equivalente de estas muestras (Duval *et al.* 2009). En el caso del cuarzo, la utilizada normal (o exclusivamente) en la bibliografía es una función *SSE* (por ejemplo Rink *et al.* 2007; Liu *et al.* 2010; Voinchet *et al.* 2010). Sin embargo, su uso en las muestras de Vallparadís plantea algunas dificultades: (1) apenas se ajusta a los datos experimentales, algo especialmente evidente en las dosis de radiación bajas (véanse ampliaciones en la Fig. 7) y (2) las curvas nunca pasan por el punto natural. Esto tiene una influencia directa sobre el valor de D_E calculado, ya que modifica la pendiente de la curva así determinada, siendo ésta un parámetro fundamental en el proceso de extrapolación. Por este motivo se utilizó una ponderación $1/I^2$ puesto que da más importancia a las dosis bajas (una discusión sobre la ponderación de los puntos experimentales en luminiscencia y *ESR* en Berger y Huntley 1986; Grün y Rhodes 1992; Grün y Brumby 1994).

Considerando todo esto, la elección de una función diferente que describiese mejor la evolución de los puntos experimentales fue imprescindible, pero siempre teniendo en cuenta que esta nueva función correspondiese igualmente a un proceso físico. Se eligió empíricamente la que asociara un término exponencial y otro lineal (*EXP+LIN*) para describir dos características de las muestras de Vallparadís: (1) la presencia de un punto de inflexión alrededor de 6300 Gy, particularmente visible en las muestras de Q1 y Q4 (Fig. 7), lo que indica un cambio en el comportamiento de la señal *ESR* más allá de este valor de dosis, y (2) el crecimiento continuo de la señal *ESR* a dosis altas (>10 kGy) sin saturación aparente. La función *SSE* no tiene en cuenta estos

dos fenómenos observados mientras que la función *EXP+LIN* permite apreciar un cambio de comportamiento de la señal conforme las dosis aplicadas aumentan siendo, en este momento, la función lineal la que define esta parte final de la curva. Este término lineal puede considerarse como una primera aproximación de un término exponencial cuya saturación se encuentra a dosis mucho más altas que la dosis máxima de radiación aplicada. Por lo tanto, la función *EXP+LIN* permite valorar la hipótesis de una señal *ESR* asociada al centro A1 que presenta dos componentes: una parte dominante correspondiente a las dosis más bajas y con un rápido crecimiento y otra de crecimiento más lento observable en las dosis más elevadas. Estas dos componentes, que podrían ser atribuidas en primera aproximación a trampas que presentan energías de activación aparentemente diferentes, pueden recordar lo que se observa durante el blanqueo óptico. En este caso, la disminución observada puede ser descrita también por dos componentes (Voinchet *et al.* 2003). Además, comparando los resultados obtenidos con la función *EXP+LIN* y la *SSE*, se aprecia claramente que el ajuste global de la primera es mucho mejor que el de la segunda (véanse valores de R^2 y X^2 de la Tab. 5). Esto es evidente en el caso de la pendiente al origen (Fig. 7). Las consecuencias sobre los valores de D_E determinados son importantes, ya que los calculados mediante la función *EXP+LIN* son sistemática y significativamente más bajos que los obtenidos a través de la función *SSE* (Tab. 5).

Las dosis anuales determinadas para las 3 muestras del sondeo 2, EVT-Q1 a Q3, son del mismo orden de magnitud, entre 2468 y 2619 $\mu\text{Gy/a}$, mientras que la obtenida para la muestra EVT-Q4 es notablemente inferior, con 1554 $\mu\text{Gy/a}$ (Tab. 6). Las 4 muestras presentan una distribución similar de los componentes relativos, con una contribución de la dosis beta de más del 50 % de la dosis total frente a menos del 5 % de las dosis alfa y cósmica.

Las edades calculadas son coherentes, ya que las muestras EVT-Q1 a Q3, procedentes del nivel 12, tienen edades *ESR* de $0,77 \pm 0,23$ Ma, $0,78 \pm 0,16$ Ma y $0,83 \pm 0,27$ Ma respectivamente. Sin embargo, teniendo en cuenta los márgenes de error asociados, no es posible distinguir cronológicamente estas muestras de la cuarta EVT-Q4 ($0,83 \pm 0,24$ Ma) cuya posición estratigráfica está más alta en la secuencia (nivel 10, unidad 7).

7. CONCLUSIÓN

En este estudio se dataron por *ESR-US* y *ESR* respectivamente 2 dientes y 4 muestras de sedimentos procedentes de 2 niveles arqueológicos del yacimiento de Vallparadís. Las edades obtenidas a partir del diente EVT0601 y de los cuarzos EVT-Q1 a Q4 son coherentes entre sí en torno a los 0,8 Ma. Los datos son altamente reproducibles, pudiéndose calcular edades promedias sólidas y fiables. A partir de las muestras EVT0601 y EVT-Q4 se obtuvo una edad *ESR* promedia (promedio ponderado por los errores asociados, con el programa Isoplot 3.00, Ludwig 2003) de $0,83 \pm 0,13$ Ma (2σ) para el nivel arqueológico 10 (unidad geológica 7) de la secuencia de Vallparadís (Fig. 9). Las muestras EVT-Q1 a Q3 permiten determinar una edad *ESR* promedia de $0,79 \pm 0,23$ Ma (2σ) para el nivel arqueológico 12 (unidad geológica 8), situado estratigráficamente bajo el nivel 10. Teniendo en cuenta los márgenes de error, estos resultados *ESR* son consistentes y permiten posicionar el yacimiento cerca de la transición Pleistoceno inferior-medio. Refuerzan los datos iniciales obtenidos a partir del estudio de la microfauna y del paleomagnetismo, ofreciendo así un marco cronoestratigráfico muy completo. La combinación de todos los resultados cronológicos permite atribuir las magnetozonas N1 y N2 respectivamente a los eventos magnéticos Jaramillo y Brunhes, lo que encuadra cronológicamente su nivel arqueológico 10, localizado en

una posición intermedia en la magnetozona inversa R1. La restricción de las edades *ESR* por los límites Brunhes-Matuyama (0,78 Ma, Gradstein *et al.* 2004) y Matuyama-Jaramillo (0,99 Ma) indica así que la edad del nivel arqueológico 10 se sitúa entre 0,78 y 0,96 Ma y el nivel 12 entre 0,78 y 0,99 Ma. La edad *ESR* promedia sobre las 5 muestras, y restringida por los datos paleomagnéticos, de $0,83 \pm 0,05$ Ma parece así la mejor estimación cronológica para el yacimiento de Vallparadís. Estos resultados lo aproximan cronológicamente al nivel TD-6 de Gran Dolina (Falguères *et al.* 1999), aunque la biocronología de Vallparadís sugiere por su parte una cronología un poco más antigua, anterior a los niveles TD4 de Gran Dolina y cerca del nivel TE9 de Sima del Elefante (Martínez *et al.* 2010). De todos modos, todos estos datos concuerdan en situar la ocupación en el Pleistoceno inferior final, un período clave sobre el que no existía mucha información disponible hasta el momento. Vallparadís se convierte así en un yacimiento clave para el conocimiento de las primeras ocupaciones humanas de Europa.

AGRADECIMIENTOS

Queremos agradecer a Norbert Mercier (*Centre de Recherche en Physique Appliquée à l'Archéologie*, Universidad de Burdeos, Francia) la lectura de los dosímetros *TL*. El espectrómetro *ESR* EMX Bruker del *Département de Préhistoire du Muséum National d'Histoire Naturelle* (Francia) fue financiado por el programa *Sésame Île-de-France*. Durante la realización de este trabajo Davinia Moreno ha disfrutado de una beca predoctoral del programa FPI del Ministerio de Ciencia e Innovación (MICINN) (BES-2007-16382).

BIBLIOGRAFÍA

- Adamiec, G. y Aitken, M.J. 1998: "Dose-rate conversion factors: update". *Ancient TL* 16: 37-50.
- Agustí, J. y Madurell, J. 2003: "Los arvicólidos (Muridae, Rodentia, Mammalia) del Pleistoceno inferior de Barranco León y Fuente Nueva 3 (Orce, Granada). Datos preliminares". En I. Toro, J. Agustí y B. Martínez-Navarro (eds.): *El Pleistoceno inferior de Barranco León y Fuente Nueva 3, Orce (Granada)*. *Memoria científica campañas 1999-*

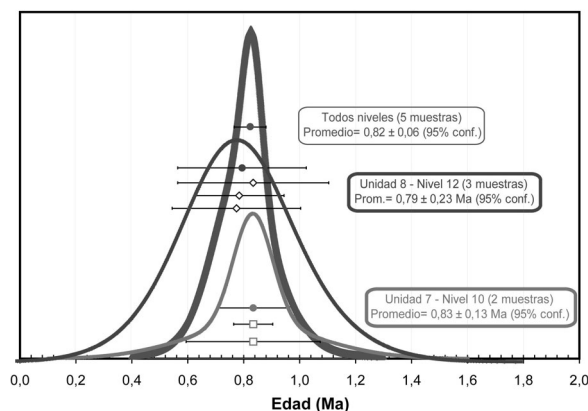


Fig. 9. Yacimiento de Vallparadís (Terrassa, Barcelona): edades *ESR* promedias obtenidas (calculados mediante el programa Isoplot 3.00, Ludwig 2003). Claves: símbolos sin colorear = edades de las muestras *ESR*, símbolos llenos = edades promedias.

2002. Junta de Andalucía. Consejería de Cultura. Sevilla: 137-146.
- Agustí, J.; Oms, O. y Pares, J. M. 2007: "Biostratigraphy, paleomagnetism and geology of the Orce ravine (Southern Spain). Comment on the paper by Gibert *et al.* (2006)". *Quaternary Science Reviews* 26: 568-572.
- Aitken, M. 1985: *Thermoluminescence Dating*. Academic Press. London.
- Alba, D.; Aurell, J.; Madurell, J.; Gómez, M.; Moyà-Solà, S. y Berasategui, X. 2008: "Paleontologia i geologia del jaciment del Pleistocè inferior de Vallparadís (Terrassa, Vallès Occidental)". *Tribuna d'arqueologia* 2007: 29-44.
- Alberdi, M. T.; Alonso, M. A.; Azanza, B.; Hoyos, M. y Morales, J. 2001: "Vertebrate taphonomy in circum-lake environments: three cases in the Guadix-Baza Basin (Granada, Spain)". *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 165: 1-26.
- Arzarello, M.; Marcolini, F.; Pavia, G.; Pavia, M.; Petronio, C.; Petrucci, M.; Rook, L. y Sardella, R. 2007: "Evidence of earliest human occurrence in Europe: the site of Pirro Nord (Southern Italy)". *Naturwissenschaften* 94: 107-112.
- Bahain, J.-J.; Yokoyama, Y.; Falguères, C. y Sarcia, M. N. 1992: "ESR dating of tooth enamel: a comparison with K-Ar dating". *Quaternary Science Reviews* 11: 245-250.
- Berger, G. W. 1990: "Regression and error analysis for a saturating-exponential-plus-linear model". *Ancient TL* 8: 23-25.
- Berger, G. W. y Huntley, D. J. 1986: "Linear regression of TL data". *Ancient TL* 4: 26-29.
- Berger, G. W.; Pérez-González, A.; Carbonell, E.; Arsuaga, J. L.; Bermúdez de Castro, J.-M. y Ku, T. L. 2008: "Luminescence chronology of cave sediments at the Atapuerca paleoanthropological site, Spain". *Journal of Human Evolution* 55: 300-311.
- Bischoff, J.; Rosenbauer, R.; Tavano, A. y Lumley, H. de. 1988: "A test of uranium-series dating of fossil tooth enamel: Results from Tournal cave, France". *Applied Geochemistry* 3: 135-141.
- Blackwell, B.; Porat, N.; Schwarcz, H. y Debenath, A. 1992: "ESR dating of tooth enamel - comparison with Th-230/U-234 speleothem dates at La-Chaise-de-Vouthon (Charente), France". *Quaternary Science Reviews* 11: 231-244.
- Brennan, B. J. 2003: "Beta doses to spherical grains". *Radiation Measurements* 37: 299-303.
- Brennan, B. J.; Lyons, R. G. y Phillips, S. W. 1991: "Attenuation of alpha particle track dose for spherical grains". *Nuclear Tracks and Radiation Measurements* 18: 249-253.
- Carbonell, E.; Bermúdez de Castro, J.; Pares, J.; Pérez-González, A.; Cuenca-Bescos, G.; Olle, A.; Mosquera, M.; Huguet, R.; Made, J. v. d.; Rosas, A.; Sala, R.; Vallverdú, J.; García, N.; Granger, D.; Martinon-Torres, M.; Rodríguez, X.; Stock, G.; Verges, J.; Allue, E.; Burjachs, F.; Cáceres, I.; Canals, A.; Benito, A.; Díez, C.; Lozano, M.; Mateos, A.; Navazo, M.; Rodríguez, J.; Rosell, J. y Arsuaga, J. 2008: "The first hominin of Europe". *Nature* 452: 465-470.
- Carbonell, E. y Rodríguez, X. P. 2006: "The first human settlement of Mediterranean Europe". *C.R. Palevol* 5: 291-298.
- Crochet, J.-Y.; Welcomme, J.-L.; Ivorra, J.; Ruffet, G.; Boulbes, N.; Capdevila, R.; Claude, J. y Firmat, C.; Métais, G.; Michaux, J. y Pickford, M. 2009: "Une nouvelle faune de vertébrés continentaux, associée à des artefacts dans le Pléistocène inférieur de l'Hérault (Sud de la France), vers 1,57 Ma". *Comptes Rendus Palevol* 8: 725-736.
- Dauphin, Y. y Williams, C.T. 2004: "Diagenetic trends of dental tissues". *Comptes Rendus Palevol* 3: 583-590.
- Despriée, J.; Gageonnet, R.; Voinchet, P.; Bahain, J. J.; Falguères, C.; Varache, F.; Courcimault, G. y Dolo, J. M. 2006: "Une occupation humaine au Pléistocène inférieur sur la bordure nord du Massif central". *Comptes Rendus Palevol* 5: 821-828.
- Despriée, J.; Voinchet, P.; Tissoux, H.; Moncel, M.-H.; Arzarello, M.; Robin, S.; Bahain, J.-J.; Falguères, C.; Courcimault, G.; Dépont, J.; Gageonnet, R.; Marquer, L.; Messager, E.; Abdessadok, S. y Puaud, S. 2010: "Lower and middle Pleistocene human settlements in the Middle Loire River Basin, Centre Region, France". *Quaternary International* 223-224: 345-359.
- Dolo, J. M.; Lecerf, N.; Mihajlovic, V.; Falguères, C. y Bahain, J.-J. 1996: "Contribution of ESR dosimetry for irradiation of geological and archaeological samples with a 60-Co panoramic source". *Applied Radiation and Isotopes* 47: 1419-1421.
- Driessens, F. C. M. 1980: "The mineral in bone, dentine and tooth enamel". *Bulletin de la Société Chimique de Belgique* 89: 663-689.
- Duttine, M.; Villeneuve, G.; Bechtel, F. y Demazeau, G. 2002: "Caractérisation par résonance paramagnétique électronique (RPE) de quartz naturels issus de différentes sources". *Comptes Rendus Geoscience* 334: 949-955.
- Duval, M.; Grün, R.; Falguères, C.; Bahain, J.-J. y Dolo, J.-M. 2009: "ESR dating of Lower Pleistocene fossil teeth: limits of the single saturating exponential (SSE) model for the equivalent dose determination". *Radiation Measurements* 44: 477-482.
- Falguères, C.; Bahain, J.-J.; Duval, M.; Shao, Q.; Han, F.; Lebon, M.; Mercier, N.; Pérez-González, A.; Dolo, J.-M. y García, T. 2010: "A 300-600 ka ESR/U-series chronology of Acheulian sites in Western Europe". *Quaternary International* 223-224: 293-298.

- Falguères, C.; Bahain, J.-J.; Yokoyama, Y.; Arsuaga, J. L.; Bermúdez de Castro, J. M.; Carbonell, E.; Bischoff, J. L. y Dolo, J. M. 1999: "Earliest humans in Europe: the age of TD6 Gran Dolina, Atapuerca, Spain". *Journal of Human Evolution* 37: 343-352.
- Gradstein, F.; Ogg, J. y Smith, A. 2004: *A geologic time scale*. Cambridge University Press. Cambridge.
- Granger, D. E. y Muzikar, P. F. 2001: "Dating sediment burial with in situ-produced cosmogenic nuclides: theory, techniques, and limitations". *Earth and Planetary Science Letters* 188: 269-281.
- Grün, R. 1989: "Electron spin resonance (ESR) dating". *Quaternary International* 1: 65-109.
- Grün, R. 2000: "Methods of dose determination using ESR spectra of tooth enamel". *Radiation Measurements* 32: 767-772.
- Grün, R. 2007: "Electron spin resonance dating". En S. A. Elias (ed.): *Encyclopedia of Quaternary Science*. Elsevier. Amsterdam: 1505-1516.
- Grün, R. 2009a: "The relevance of parametric U-uptake models in ESR age calculations". *Radiation Measurements* 44: 472-476.
- Grün, R. 2009b: "The DATA program for the calculation of ESR age estimates on tooth enamel". *Quaternary Geochronology* 4: 231-231.
- Grün, R. y Brumby, S. 1994: "The assessment of errors in past radiation doses extrapolated from ESR/TL dose-response data". *Radiation Measurements* 23: 307-315.
- Grün, R. y Katzenberger-Apel, O. 1994: "An alpha-irradiator for ESR dating". *Ancient TL* 12: 35-38.
- Grün, R. y McDermott, F. 1994. "Open system modelling for U-series and ESR dating of teeth". *Quaternary Science Reviews (Quaternary Geochronology)* 13: 121-125.
- Grün, R. y Rhodes, E. J. 1991: "On the selection of dose points for saturating exponential ESR/TL dose response curve". *Ancient TL* 9: 40-46.
- Grün, R. y Rhodes, E. J. 1992: "Simulations of saturating exponential ESR/TL dose response curves - weighting of intensity values by inverse variance". *Ancient TL* 10: 50-56.
- Grün, R.; Schwarcz, H. P. y Chadam, J. 1988: "ESR dating of tooth enamel: coupled correction for U-uptake and U-series disequilibrium". *Nuclear Tracks Radiation Measurements* 14: 237-244.
- Guadelli, J.; Sirakov, N.; Ivanova, S.; Sirakova, S.; Anastassova, E.; Courtaud, P.; Dimitrova, I.; Djabarska, N.; Fernández, P.; Ferrier, C.; Fontugne, M.; Gambier, D.; Guadelli, A.; Iordanova, D.; Iordanova, N.; Kovatcheva, M.; Krumov, I.; Leblanc, J.-C.; Mallye, J.-B.; Marinska, M.; Miteva, V.; Popov, V.; Spassov, R.; Taneva, S.; Tisterat-Laborde, N. y Tsanova, T. 2005: "Une séquence du Paléolithique Inférieur au Paléolithique Récent dans les Balkans: la grotte Kozarnika à Orechets (nord-ouest de la Bulgarie)". En N. Molines, M.-H. Moncel y J.-L. Monnier (eds.): *Les Premiers Peuplements en Europe*. British Archaeological Reports, International Series 164. Archaeopress. Oxford: 87-103.
- Hillson, S. 2005: *Teeth*. Cambridge University Press. Cambridge.
- Ikeya, M. 1982: "A model of linear uranium accumulation for ESR age of Heidelberg (Mauer) and Tautavel bones". *Japanese Journal of Applied Physics* 21: 690-692.
- Ikeya, M. 1993: *New applications of electron spin resonance - dating, dosimetry and microscopy*. World Scientific Publishing. Singapore.
- Kahlke, R.-D. y Gaudzinski, S. 2005: "The blessing of a great flood: differentiation of mortality patterns in the large mammal record of the Lower Pleistocene fluvial site of Untermaßfeld (Germany) and its relevance for the interpretation of faunal assemblages from archaeological sites". *Journal of Archaeological Science* 32: 1202-1222.
- Kohn, M. J.; Schoeninger, M. J. y Barker, W. W. 1999: "Altered states: Effects of diagenesis on fossil tooth chemistry". *Geochimica and Cosmochimica Acta* 63: 2737-2747.
- Ku, T. L. 1976. "The uranium-series methods of age determination". *Annual Review of Earth and Planetary Sciences* 4: 1-70.
- Laurent, M.; Falguères, C.; Bahain, J.-J.; Rousseau, L. y Van Vliet Lanoé, B. 1998: "ESR dating of quartz extracted from Quaternary and neogene sediments: method, potential and actual limits". *Quaternary Geochronology* 17: 1057-1062.
- Lin, M.; Yin, G.; Ding, Y.; Cui, Y.; Chen, K.; Wu, C. y Xu, L. 2006: "Reliability study on ESR dating of the aluminium center in quartz". *Radiation Measurements* 41: 1045-1049.
- Liu, C. R.; Yin, G.-M.; Gao, L.; Bahain, J.-J.; Li, J.-P.; Lin, M. y Chen, S.-M. 2010: "ESR dating of Pleistocene archaeological localities of the Nihewan Basin, North China - Preliminary results" *Quaternary Geochronology* 5: 385-390.
- Lordkipanidze, D.; Jashashvili, T.; Vekua, A.; Ponce de León, M. S.; Zollikofer, C. P. E.; Rightmire, G. P.; Pontzer, H.; Ferring, R.; Oms, O.; Tappen, M.; Bukhsianidze, M.; Agustí, J.; Kahlke, R.; Kikladze, G.; Martínez-Navarro, B.; Mouskhelishvili, A.; Nioradze, M. y Rook, L. 2007: "Postcranial evidence from early Homo from Dmanisi, Georgia". *Science* 449: 305-310.
- Lumley, H. de; Barsky, D. y Cauche, D. 2009: "Les premières étapes de la colonisation de l'Europe et l'arrivée de l'Homme sur les rives de la Méditerranée". *L'Anthropologie* 113: 1-46.
- Lumley, H. de; Fournier, A.; Krzepakowska, J. y Echasoux, A. 1988: "L'industrie du Pléistocène infé-

- rieur de la grotte du Vallonnet (Roquebrune-Cap-Martin, Alpes-Maritimes". *L'Anthropologie* 92: 501-614.
- Ludwig, K. R. 2003: *User's Manual for Isoplot 3.00. Manual*. Berkeley Geochronology Center. Berkeley, CA.
- Marfunin, A. 1979: *Spectroscopy, luminescence and radiation centers in minerals*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- Martínez, K.; García, J.; Carbonell, E.; Agustí, J.; Bahain, J.-J.; Blain, H.-A.; Burjachs, F.; Cáceres, I.; Duval, M.; Falguères, C.; Garcés, M.; Gómez, M. y Huguet, R. 2010: "A new Lower Pleistocene archaeological site in Europe: Vallparadís (Barcelona, Spain)". *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America* 107 (13): 5762-5767.
- Martínez-Navarro, B.; Espigares, M. P. y Ros, S. 2003: "Estudio preliminar de las asociaciones de grandes mamíferos de Fuente Nueva-3 y Barranco León-5 (Orce, Granada, España)". En I. Toro, J. Agustí y B. Martínez-Navarro (eds.): *El Pleistoceno inferior de Barranco León y Fuente Nueva 3, Orce (Granada). Memoria científica campañas 1999-2002*. Junta de Andalucía. Consejería de Cultura. Sevilla: 115-136.
- Martínez-Navarro, B.; Turq, A.; Agustí Ballester, J. y Oms, O. 1997: "Fuente Nueva-3 (Orce, Granada, Spain) and the first human occupation of Europe". *Journal of Human Evolution* 33: 611-620.
- Mercier, N. y Falguères, C. 2007: "Field gamma dose-rate measurement with a NaI(Tl) detector: re-evaluation of the 'threshold' technique". *Ancient TL* 25: 1-4.
- Murray, A. S. y Roberts, R. G. 1997: "Determining the burial time of single grains of quartz using optically stimulated luminescence". *Earth and Planetary Science Letters* 152: 163-180.
- Oms, O.; Pares, J. M.; Martínez-Navarro, B.; Agustí, J.; Toro, I.; Martínez-Fernández, G. y Turq, A. 2000: "Early human occupation of Western Europe: Paleomagnetic dates for two paleolithic sites in Spain". *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America* 97: 10666-10670.
- Palombo, M. y Ferretti, M. 2005: "Elephant fossil record from Italy: knowledge, problems, and perspectives". *Quaternary International* 126-128: 107-136.
- Palombo, M.; Sardella, R. y Novelli, M. 2008: "Carnivora dispersal in Western Mediterranean during the last 2.6Ma". *Quaternary International* 179: 176-189.
- Parés, J. y Pérez-González, A. 1999: "Magnetochronology and stratigraphy at Gran Dolina section, Atapuerca (Burgos, Spain)". *Journal of Human Evolution* 37: 325-342.
- Peretto, C.; Amore, F. O.; Antoniazzi, Alb.; Antoniazzi, Ald.; Bahain, J. J.; Cattani, L.; Cavallini, E.; Esposito, P.; Falguères, C.; Gagnepain, J.; Hedley, I.; Laurent, M.; Lebreton, V.; Longo, L.; Milliken, S.; Monegati, P.; Ollé, A.; Pugliese, N.; Renault-Miskovsky, J.; Sozzi, M.; Ungaro, S.; Vannucci, S.; Verges, J. M.; Wagner, J. J. y Yokoyama, Y. 1998: "L'industrie lithique de Ca'Belvedere di Monte Poggiolo: Stratigraphie, matière première, typologie, remontages et traces d'utilisation". *L'Anthropologie* 102: 343-465.
- Piepenbrink, H. 1989: "Examples of chemical changes during fossilisation". *Applied Geochemistry* 4: 273-280.
- Postigo Mijarra, J. M.; Burjachs, F.; Gómez Manzaneque, F. y Morla, C. 2007: "A palaeoecological interpretation of the lower-middle Pleistocene Cal Guardiola site (Terrassa, Barcelona, NE Spain) from the comparative study of wood and pollen samples". *Review of Palaeobotany and Palynology* 146: 247-264.
- Prescott, J. R. y Hutton, J. T. 1988: "Cosmic ray and gamma ray dosimetry for TL and ESR". *Nuclear Tracks Radiation Measurements* 14: 223-227.
- Prescott, J. R. y Hutton, J. T. 1994: "Cosmic ray contributions to dose rates for luminescence and ESR dating: large depths and long-term time variations". *Radiation Measurements* 23: 497-500.
- Preusser, F.; Chithambo, M.; Götte, T.; Martini, M.; Ramseier, K.; Sendezera, E.; Susino, G. y Wintle, A. 2009: "Quartz as a natural luminescence dosimeter". *Earth-Science Reviews* 97: 184-214.
- Rhodes, E. J.; Singarayer, J. S.; Raynal, J. P.; Westaway, K. E. y Sbihi-Alaoui, F. Z. 2006: "New age estimates for the Palaeolithic assemblages and Pleistocene succession of Casablanca, Morocco". *Quaternary Science Reviews* 25: 2569-2585.
- Rink, W. J. 1997: "Electron spin resonance (ESR) dating and ESR applications in Quaternary science and archaeometry". *Radiation Measurements* 27: 975-1025.
- Rink, W. J.; Bartoll, J.; Schwarcz, H. P.; Shane, P. y Bar-Yosef, O. 2007: "Testing the reliability of ESR dating of optically exposed buried quartz sediments". *Radiation Measurements* 42: 1618-1626.
- Rodríguez, J. 2001: "Structure de la communauté de mammifères pléistocènes de Gran Dolina (Sierra de Atapuerca, Burgos, Espagne)". *L'Anthropologie* 105: 131-157.
- Rook, L. y Martínez-Navarro, B. 2010: "Villafranchian: The long story of a Plio-Pleistocene European large mammal biochronologic unit". *Quaternary International* 219: 134-144.
- Szabo, B. 1979: "Dating Fossil Bone from Cornelia, Orange Free State, South Africa". *Journal of Archaeological Science* 6: 201-203.

- Toyoda, S. y Falguères, C. 2003: "The method to represent the ESR signal intensity of the aluminium hole center in quartz for the purpose of dating". *Advances in ESR Applications* 20: 7-10.
- Toyoda, S. e Ikeya, M. 1991: "Thermal stabilities of paramagnetic defects and impurity centers in quartz: basis for ESR dating of thermal history". *Geochemical Journal* 25: 437-445.
- Vandenbergh, D.; De Corteb, F.; Buylaert, J. P.; Kucera, J. y Van den Haute, P. 2008: "On the internal radioactivity in quartz". *Radiation Measurements* 43: 771-775.
- Voinchet, P.; Bahain, J.-J.; Falguères, C.; Laurent, M.; Despriée, J.; Gageonnet, R. y Chaussé, C. 2004: "ESR dating of quartz extracted from Quaternary sediments: application to fluvial terraces system of northern France". *Quaternaire* 15: 135-141.
- Voinchet, P.; Despriée, J.; Tissoux, H.; Falguères, C.; Bahain, J.-J.; Gageonnet, R.; Dépont, J. y Dolo, J.-M. 2010: "ESR chronology of alluvial deposits and first human settlements of the Middle Loire Basin (Region Centre, France)". *Quaternary Geochronology* 5: 381-384.
- Voinchet, P.; Falguères, C.; Laurent, M.; Toyoda, S.; Bahain, J.-J. y Dolo, J.-M. 2003: "Artificial optical bleaching of the aluminium center in quartz implications to ESR dating of sediments". *Quaternary Science Reviews* 22: 1335-1338.
- Voinchet, P.; Falguères, C.; Tissoux, H.; Bahain, J. J.; Despriée, J. y Pirouelle, F. 2007: "ESR dating of fluvial quartz: estimate of the minimal distance transport required for getting a maximum optical bleaching". *Quaternary Geochronology* 2: 363-366.
- Weil, J. A. 1984: "A review of electron spin spectroscopy and its application to the study of paramagnetic defects in crystalline quartz". *Physics and Chemistry of Minerals* 10: 149-165.
- Yokoyama, Y.; Bibron, R. y Falguères, C. 1988: "Datation absolue des planchers stalagmitiques de la grotte du Vallonnet à Roquebrune-Cap-Martin (Alpes-Maritimes, France), par la résonance de spin électronique (ESR)". *L'Anthropologie* 92: 429-436.
- Yokoyama, Y.; Falguères, C. y Quaegebeur, J. P. 1985: "ESR dating of quartz from Quaternary sediments: first attempts". *Nuclear Tracks* 10: 921-928.
- Yokoyama, Y. y Nguyen, H. V. 1980: "Direct and non destructive dating of marine sediments, manganese nodules and corals by high resolution gamma-ray spectrometry". En E. D. Goldberg, Y. Horibe y K. Saruhashi (eds.): *Isotope Marine Chemistry*. Uchida Rokakuho, Tokyo: 259-289.